





© BSN 2015

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar Isi

Daftar Isi	i
Daftar Tabel	iii
Daftar Gambar	iv
Prakata	v
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Jenis dan penggunaan	2
5 Syarat mutu	2
6 Cara pengambilan contoh	5
7 Cara uji	10
7.1 Metode uji kimia	10
7.1.1 Cara uji semen dan variasi yang diizinkan	10
7.1.2 Umum	12
7.1.3 Metode <i>referee</i>	14
7.1.3.1 Bagian tak larut	14
7.1.3.2 Silikon dioksida (SiO_2)	15
7.1.3.3 Golongan ammonium hidroksida (R_2O_3)	18
7.1.3.4 Besi (III) oksida (Fe_2O_3)	20
7.1.3.5 Posfor pentaoksida (P_2O_5)	22
7.1.3.6 Titanium dioksida (TiO_2)	24
7.1.3.7 Seng oksida	26
7.1.3.8 Aluminium oksida	26
7.1.3.9 Kalsium oksida (CaO)	26
7.1.3.10 Magnesium oksida (MgO)	29
7.1.3.11 Sulfur	30
7.1.3.12 Hilang pijar	34
7.1.3.13 Natrium dan kalium oksida	35
7.1.3.14 Mangan oksida	39
7.1.3.15 Klorida	41
7.1.3.16 Senyawa organik yang larut dalam kloroform	45

7.1.4	Metode uji alternatif (<i>Optional</i>)	48
7.1.4.1	Kalsium oksida.....	48
7.1.4.2	Magnesium oksida metode volumetri	49
7.1.4.3	Titanium dioksida	52
7.1.4.4	Fosfor pentaoksida	57
7.1.4.5	Mangan oksida.....	60
7.1.4.6	Kalsium oksida bebas	61
7.2	Metode uji fisika	64
7.2.1	Bahan pembantu dan peralatan.....	64
7.2.2	Pengujian kehalusan dengan alat blaine dan turbidimeter	65
7.2.2.1	Dengan alat blaine	65
7.2.2.2	Dengan turbidimeter	75
7.2.3	Pengujian konsistensi normal	89
7.2.4	Pengujian waktu pengikatan	92
7.2.5	Pengujian pemuaian dengan autoclave	98
7.2.6	Penentuan kuat tekan mortar semen hidrolik	103
7.2.7	Pengujian cepat kaku dari semen portland (metode pasta).....	114
7.2.8	Penentuan kalor hidrasi	118
7.2.9	Pengujian pemuaian akibat sulfat	126
7.2.10	Pengujian kandungan udara mortar.....	129
8	Syarat lulus uji.....	132
9	Pengemasan.....	132
10	Syarat penandaan.....	132
11	Penyimpanan dan transportasi	132
	Lampiran A.....	133
	Lampiran B.....	134
	Lampiran C	136
	Bibliografi	139

Daftar Tabel

Tabel 1 – Syarat kimia utama	2
Tabel 2 – Syarat kimia tambahan	3
Tabel 3 – Syarat fisika utama	4
Tabel 4 – Syarat fisika tambahan.....	4
Tabel 5 – Selang waktu pengujian setelah pengambilan contoh.....	6
Tabel 6 – Perbedaan hasil uji yang diizinkan	11
Tabel 7 – Perbandingan kadar MgO dengan jumlah pereaksi yang diperlukan	51
Tabel 8 – Perbandingan kadar MgO dengan jumlah larutan baku	52
Tabel 9 – Berat jenis air raksa, viskositas udara (η) dan $\sqrt{\eta}$ pada suhu tertentu.....	73
Tabel 10 – Nilai-nilai porositas lapisan semen	73
Tabel 11 – Rentang waktu alir udara.....	74
Tabel 12 – Dimensi peralatan turbidimeter.....	78
Tabel 13 – Nilai h, d dan h/d^2 yang digunakan pada kalibrasi peralatan turbidimeter.....	82
Tabel 14 – Dimensi buret.....	82
Tabel 15 – Contoh pencatatan data pengujian turbidimeter dan perhitungan permukaan spesifik.....	88
Tabel 16 – Variasi yang diperbolehkan dari cetakan cetakan (mm).....	104
Tabel 17 – Persyaratan pasir standar.....	106
Tabel 18 – Komposisi mortar.....	108
Tabel 19 – Toleransi waktu pengujian	110
Tabel 20 – Ketelitian	113
Tabel 21 – Deviasi	129
Tabel 22 – Gradasi butir pasir Ottawa	130

Daftar Gambar

Gambar 1 – Pipa pengambil contoh semen.....	8
Gambar 2 – Pipa pengambil semen dalam kemasan	8
Gambar 3 – Alat blaine	67
Gambar 4a – Alat turbidimeter tampak depan dengan pintu terbuka	75
Gambar 4b – Alat turbidimeter tampak depan dengan pintu terbuka	76
Gambar 5 – Turbidimeter tampak belakang	76
Gambar 6 – Buret waktu	77
Gambar 7 – Sistem listrik turbidimeter	77
Gambar 8 – Alat vicat	89
Gambar 9 – Alat gilmore	97
Gambar 10 – Bentuk lempengan pasta semen	98
Gambar 11 – Cetakan prisma	99
Gambar 12 – Comparator	100
Gambar 13 – Mesin pengaduk.....	104
Gambar 14 – Pengaduk.....	104
Gambar 15 – Mangkok	105
Gambar 16 – Meja alir	105
Gambar 17 – Urutan tumbukan	110
Gambar 18 – Alat kalorimeter	119
Gambar 19 – Pengaduk kalorimeter	119

Prakata

SNI 2049:2015, *Semen portland* ini merupakan revisi dari SNI 15-2049-2004, *Semen portland*. Standar ini direvisi dengan maksud untuk meningkatkan kapasitas nasional Industri semen dan meningkatkan ekspor komoditi semen. Perubahan teknis yang utama pada standar ini adalah peningkatan persyaratan kuat tekan untuk umur 3 hari, 7 hari dan 28 hari untuk tipe I. Selain itu juga adanya perubahan pengemasan yaitu dengan penambahan kemasan 25 kg dan 40 kg.

Standar ini disusun dan dirumuskan oleh Panitia Teknis 91-02, Kimia dan Bahan Konstruksi. Standar ini merupakan hasil konsensus yang diselenggarakan di Jakarta pada tanggal 29 April 2013, yang dihadiri oleh wakil-wakil dari *stakeholder* seperti produsen, konsumen, balai penguji dan instansi teknis terkait lainnya. Standar ini juga telah melalui tahapan konsensus nasional yaitu jajak pendapat tanggal 27 Nopember 2013 – 25 Januari 2014, dan pemungutan suara dari 12 Mei – 10 Juli 2014.





Semen portland

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu, sistem pengambilan contoh dan metode pengujian semen portland. Standar ini dapat diterapkan untuk 5 tipe semen portland, dengan batasan kemasan hingga 50 kg dan tidak termasuk semen yang digunakan untuk *ready mix*.

2 Acuan normatif

ASTM C 430-08, *Standard Test Method for Fineness of Hydraulic Cement by the 45- μ m (No 325) Sieve*

ASTM C 670-13, *Standard Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction Materials*

3 Istilah dan definisi

3.1

semen portland

semen hidrolis yang dihasilkan dengan cara menggiling terak semen portland terutama yang terdiri atas kalsium silikat yang bersifat hidrolis dan digiling bersama-sama dengan bahan tambahan berupa satu atau lebih bentuk kristal senyawa kalsium sulfat dan boleh ditambah dengan bahan tambahan lain

3.2

kandungan udara semen hidrolis

semen hidrolis yang mengandung suatu tambahan udara dalam jumlah tertentu yang menyebabkan udara terkandung di dalam mortar di dalam batasan yang dispesifikasikan pada saat diukur dengan suatu metode

3.3

pasta semen

campuran semen dan air baik yang dikeraskan atau tidak dikeraskan

3.4

false set

kehilangan secara cepat sifat plastis dari pasta semen, mortar atau beton

3.5

ruang lembab

suatu ruang tertutup untuk penyimpanan dan pengerasan contoh pasta, mortar dan beton yang memiliki suhu dan kelembaban nisbi tinggi yang dapat diatur

3.6

mortar

suatu campuran yang terdiri dari semen, agregat halus dan air baik dalam keadaan dikeraskan ataupun tidak dikeraskan

4 Jenis dan penggunaan

4.1 Jenis I yaitu semen portland untuk penggunaan umum yang tidak memerlukan persyaratan-persyaratan khusus seperti yang disyaratkan pada jenis-jenis lain.

4.2 Jenis II yaitu semen portland yang dalam penggunaannya memerlukan ketahanan terhadap sulfat atau kalor hidrasi sedang.

4.3 Jenis III semen portland yang dalam penggunaannya memerlukan kekuatan tinggi pada tahap permulaan setelah pengikatan terjadi.

4.4 Jenis IV yaitu semen portland yang dalam penggunaannya memerlukan kalor hidrasi rendah.

4.5 Jenis V yaitu semen portland yang dalam penggunaannya memerlukan ketahanan tinggi terhadap sulfat.

5 Syarat mutu

5.1 Persyaratan kimia semen portland harus memenuhi persyaratan sebagai berikut:

Tabel 1 – Syarat kimia utama

satuan dalam %

No	Uraian	Jenis semen portland				
		I	II	III	IV	V
1	SiO ₂ , minimum	-	20,0 ^{b,c)}	-	-	-
2	Al ₂ O ₃ , maksimum	-	6,0	-	-	-
3	Fe ₂ O ₃ , maksimum	-	6,0 ^{b,c)}	-	6,5	-
4	MgO, maksimum	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0
5	SO ₃ , maksimum Jika C ₃ A ≤ 8,0 Jika C ₃ A > 8,0	3,0 3,5	3,0 ^{d)}	3,5 4,5	2,3 ^{d)}	2,3 ^{d)}
6	Hilang pijar, maksimum	5,0	3,0	3,0	2,5	3,0
7	Bagian tak larut, maksimum	3,0	1,5	1,5	1,5	1,5
8	C ₃ S, maksimum ^{a)}	-	-	-	35 ^{b)}	-
9	C ₂ S, minimum ^{a)}	-	-	-	40 ^{b)}	-
10	C ₃ A, maksimum ^{a)}	-	8,0	15	7 ^{b)}	5 ^{b)}
11	C ₄ AF + 2C ₃ A atau ^{a)} C ₄ AF + C ₂ F, maksimum	-	-	-	-	25 ^{c)}

CATATAN

^{a)} Persyaratan pembatasan secara kimia berdasarkan perhitungan untuk senyawa potensial tertentu tidak harus diartikan bahwa oksida dari senyawa potensial tersebut dalam keadaan murni.

C = CaO, S = SiO₂, A = Al₂O₃, F = Fe₂O₃, Contoh C₃A = 3CaO.Al₂O₃

Titanium dioksida (TiO₂) dan fosfor pentaoksida (P₂O₅) termasuk dalam Al₂O₃.

Nilai yang biasa digunakan untuk Al₂O₃ dalam menghitung senyawa potensial (misal : C₃A) untuk tujuan spesifikasi adalah jumlah endapan yang diperoleh dengan penambahan NH₄OH dikurangi jumlah Fe₂O₃ (R₂O₃ – Fe₂O₃) yang diperoleh dalam analisis kimia basah.

Apabila: $\frac{\% \text{Al}_2\text{O}_3}{\% \text{Fe}_2\text{O}_3} \geq 0,64$, maka persentase C₃S, C₂S, C₃A dan C₄AF dihitung sbb.:

Tabel 1 - Syarat kimia utama (lanjutan)

No	Uraian	Jenis semen portland				
		I	II	III	IV	V
	$C_3S = (4,071 \times \% \text{CaO}) - (7,600 \times \% \text{SiO}_2) - (6,718 \times \% \text{Al}_2\text{O}_3) - (1,430 \times \% \text{Fe}_2\text{O}_3) - (2,852 \times \% \text{SO}_3)$ $C_2S = (2,867 \times \% \text{SiO}_2) - (0,7544 \times \% \text{C}_3\text{S})$ $C_3A = (2,650 \times \% \text{Al}_2\text{O}_3) - (1,692 \times \% \text{Fe}_2\text{O}_3)$ $C_4AF = (3,043 \times \% \text{Fe}_2\text{O}_3)$ Apabila: $\frac{\% \text{Al}_2\text{O}_3}{\% \text{Fe}_2\text{O}_3} < 0,64$, terbentuk larutan padat ($C_4AF + C_2F$) = $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ Semen dengan komposisi ini di dalamnya tidak terdapat C_3A . maka ($C_4AF + C_2F$) dan C_3S dihitung sebagai berikut: $(C_4AF + C_2F) = (2,100 \times \% \text{Al}_2\text{O}_3) + (1,702 \times \% \text{Fe}_2\text{O}_3)$ $C_3S = (4,071 \times \% \text{CaO}) - (7,600 \times \% \text{SiO}_2) - (4,479 \times \% \text{Al}_2\text{O}_3) - (2,859 \times \% \text{Fe}_2\text{O}_3) - (2,852 \times \% \text{SO}_3)$ C_2S tetap dihitung dengan menggunakan rumus di atas: Perhitungan untuk semua senyawa potensial adalah berdasarkan hasil penentuan oksidanya yang dihitung sampai sedekat mungkin 0,1%. Semua hasil perhitungan dilaporkan sampai sedekat mungkin dengan 1,0%. b) Apabila yang disyaratkan adalah kalor hidrasi seperti yang tercantum pada tabel syarat fisika tambahan (Tabel 4), maka syarat kimia ini tidak berlaku. c) Apabila yang disyaratkan adalah pemuai karena sulfat yang tercantum pada tabel syarat fisika tambahan (Tabel 4), maka syarat kimia ini tidak berlaku. d) Tidak dapat dipergunakan.					

Tabel 2 – Syarat kimia tambahan ^{a)}

satuan dalam %

No	Uraian	Jenis semen portland				
		I	II	III	IV	V
1	C_3A , maksimum	-	-	8	-	-
2	C_3A , minimum	-	-	5	-	-
3	$(C_3S + 2 C_3A)$, maksimum	-	58 ^{b)}	-	-	-
4	Alkali, sebagai $(\text{Na}_2\text{O} + 0,658 \text{ K}_2\text{O})$, maksimum	0,60 ^{c)}	0,60 ^{c)}	0,60 ^{c)}	0,60 ^{c)}	0,60 ^{c)}
CATATAN a) Syarat kimia tambahan ini berlaku hanya secara khusus disyaratkan. b) Sama dengan keterangan untuk ^{b)} pada syarat kimia utama. c) Hanya berlaku bila semen digunakan dalam beton yang agregatnya bersifat reaktif terhadap alkali.						

5.2 Persyaratan fisika semen portland harus memenuhi persyaratan sebagai berikut:

Tabel 3 – Syarat fisika utama

No	Uraian	Jenis semen portland				
		I	II	III	IV	V
1	Kehalusan: Uji permeabilitas udara, m ² /kg dengan alat : - Turbidimeter, min - Blaine, min	160 280	160 280	160 280	160 280	160 280
2	Kekekalan : Pemuaian dengan autoclave, maks %	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80
3	Kuat tekan: - Umur 1 hari, kg/cm ² , minimum - Umur 3 hari, kg/cm ² , minimum - Umur 7 hari, kg/cm ² , minimum - Umur 28 hari, kg/cm ² , minimum	- 135 215 300	- 100 70 ^{a)} 175 120 ^{a)} -	120 240 - -	- - 70 170	- 80 150 210
4	Waktu pengikatan (metode alternatif) dengan alat: a) Gillmore - Awal, menit, minimal - Akhir, menit, maksimum b) Vicat - Awal, menit, minimal - Akhir, menit, maksimum	60 600 45 375	60 600 45 375	60 600 45 375	60 600 45 375	60 600 45 375
CATATAN ^{a)} Syarat kuat tekan ini berlaku jika syarat kalor hidrasi seperti tercantum pada tabel syarat fisika tambahan (Tabel 4) atau jika syarat C ₃ S + C ₃ A seperti tercantum pada tabel syarat kimia tambahan disyaratkan (Tabel 2).						

Tabel 4 – Syarat fisika tambahan^{a)}

No	Uraian	Jenis semen portland				
		I	II	III	IV	V
1	Pengikatan semu penetrasi akhir, % minimum	50	50	50	50	50
2	Kalor hidrasi - Umur 7 hari, kal/gram, maks - Umur 28 hari, kal/gram, maks	- -	70 ^{b)} -	- -	60 70	- -
3	Kuat tekan: Umur 28 hari, kg/cm ² , minimum	-	280	-	-	-
4	Pemuaian karena sulfat 14 hari, %, maksimum	-	220 ^{b)}	-	-	0,040
5	Kandungan udara mortar, % volume, maksimum	12	12	12	12	12

Tabel 4 - Syarat fisika tambahan (lanjutan)

No	Uraian	Jenis semen portland				
		I	II	III	IV	V
CATATAN a) Persyaratan fisika tambahan ini berlaku hanya jika secara khusus diminta. b) Bila syarat kalor hidrasi ini disyaratkan, maka syarat $C_3S + C_3A$ seperti tercantum pada tabel kimia tambahan (Tabel 2) tidak diperlukan. Syarat kuat tekan ini berlaku bila syarat kalor hidrasi seperti yang tercantum pada tabel syarat fisika tambahan (Tabel 4) atau bila syarat $C_3S + C_3A$ seperti yang tercantum pada tabel syarat kimia tambahan (Tabel 2) disyaratkan.						

6 Cara pengambilan contoh

6.1 Diskripsi dari istilah-istilah spesifik untuk cara baku

6.1.1 Lot semen

Lot semen merupakan jumlah spesifik dari semen yang diajukan untuk pemeriksaan pada setiap waktu tertentu. Satu lot bisa mewakili dari satu atau lebih bin yang telah diisi semen secara berurutan. Satu lot bisa juga mewakili dari isi satu atau lebih unit alat transport yang dikeluarkan dari bin yang sama.

6.1.2 Frekuensi pengambilan contoh yang disesuaikan

Merupakan program pengujian yang disiapkan untuk pengujian dari hanya dua contoh semen yang diperoleh dari setiap lot yang ada, dan disiapkan untuk pengujian pada tahap yang biasa sebagaimana diuraikan di bawah ini.

Program menggunakan faktor kemungkinan dan dirancang sedemikian rupa sehingga apabila hasil uji dari kedua contoh tersebut memenuhi persyaratan dari program, bisa diartikan dengan 95% tingkat kepercayaan dan kurang dari 5% dari contoh akan berada di luar batas spesifikasinya.

6.2 Tujuan dan penggunaan

6.2.1 Prosedur pengambilan contoh yang telah diuraikan dimaksudkan untuk penggunaan dalam ketentuan pengambilan contoh semen hidrolis, setelah diproduksi dan siap untuk dipasarkan.

Prosedur ini tidak dimaksudkan sebagai prosedur pengambilan contoh pada pengawasan mutu selama proses produksi.

Prosedur pengujian yang telah diuraikan meliputi jumlah contoh untuk pengujian yang harus dilakukan dan memberikan petunjuk dalam hal pembuatan laporan.

6.2.2 Kebanyakan persyaratan dan spesifikasi yang diperlukan oleh konstruksi bangunan adalah bahwa semen hidrolis yang akan digunakan dalam pekerjaan harus memenuhi persyaratan sebagaimana tercantum dalam spesifikasi pembelian, seperti spesifikasi sesuai Pasal 5.

Apabila peraturan atau spesifikasi tadi memerlukan pengambilan contoh dari semen yang diproduksi maka ketentuan-ketentuan yang diberikan pada 6.4.1 harus dilaksanakan.

6.3 Prosedur pelaksanaan

6.3.1 Prosedur pelaksanaan ini meliputi proses pengambilan contoh dan pengujian dengan maksud untuk menetapkan apakah contoh semen tersebut memenuhi persyaratan spesifikasi penerimaan. Pengujian contoh semen dilakukan dengan menggunakan metode tertentu untuk menetapkan apakah hasil uji yang didapat dari contoh semen tersebut memenuhi spesifikasi dan hasil uji dinyatakan sebagai dasar penerimaan atau penolakan dari lot semen yang diwakili contohnya.

6.3.2 Hasil ini tidak dimaksudkan maupun diperlukan bahwa semen harus diuji dengan menggunakan semua metode uji kimia dan fisika yang tercantum pada standar ini.

6.4 Jenis dan ukuran contoh semen; pengambilan contoh

6.4.1 Contoh kutip (*grab sample*) yaitu semen yang diperoleh dari ban berjalan, dari gudang semen curah atau dari kapal semen curah.

Contoh kutip dapat juga diambil dari aliran semen secara kontinyu dalam selang waktu 10 menit dengan menggunakan alat pengambil contoh otomatis disebut juga contoh kutip.

Contoh kutip yang diambil pada setiap selang waktu tersebut, selama periode waktu tertentu harus digabungkan menjadi contoh komposit, mewakili semen yang diproduksi selama periode waktu tertentu.

6.4.2 Semua contoh semen, baik contoh kutip atau contoh komposit beratnya sekurang-kurangnya 5 kg.

6.4.3 Contoh-contoh semen harus dikemas dalam kemasan yang kedap uap air dan udara yang telah diberi nomor secara teratur dan berurutan.

6.5 Waktu yang diperlukan untuk menyelesaikan pengujian

6.5.1 Produsen semen harus mempersiapkan sehingga semen dapat diambil contohnya, pengujian dilakukan sedini mungkin sebelum waktu hasil pengujian diperlukan. Sehingga sekurang-kurangnya selang waktu yang berlaku pada 6.5.2 bisa diikuti.

6.5.2 Apabila hal-hal tersebut telah dilaksanakan, laboratorium penguji harus menyiapkan hasil-hasil pengujian tidak lebih lambat dari pada jumlah hari yang tercantum setelah waktu pengambilan contoh.

Tabel 5 – Selang waktu pengujian setelah pengambilan contoh

No	Pengujian	Selang waktu (hari)
1	Kuat tekan (hasil uji umur 1 hari) Analisis kimia, <i>autoclave</i> , konsistensi normal dengan alat vicat, kehalusan dengan alat blaine, cepat kaku metode pasta.	8
2	Kuat tekan (hasil uji umur 3 hari)	10
3	Kuat tekan dan kalor hidrasi (hasil uji umur 7 hari)	14
4	Pemuaian akibat sulfat (hasil uji umur 14 hari)	21
5	Kuat tekan dan kalor hidrasi (hasil uji umur 28 hari)	35

6.6 Pengambilan contoh

6.6.1 Dari ban berjalan yang sedang dialirkan ke gudang semen curah

Ambil satu contoh kutip semen dengan berat sekurang-kurangnya 5 kg pada selang waktu kira-kira 6 jam.

6.6.2 Pengambilan contoh semen pada saat dipindahkan

Pengambilan contoh semen dari gudang pada saat semen tersebut sedang dipindahkan dari satu bin ke bin yang lainnya. Ambil satu contoh kutip semen dari aliran semen yang sedang dipindahkan, untuk setiap 400 ton semen atau kelipatannya, tetapi pengambilan contoh tidak boleh kurang dari contoh-contoh kutip semen dan digabungkan untuk mendapatkan contoh komposit.

6.6.3 Metode lain pengambilan contoh

Apabila kedua metode pengambilan contoh di atas tidak bisa digunakan, contoh semen bisa diperoleh dengan menggunakan salah satu metode di bawah ini:

6.6.3.1 Dari gudang semen curah pada lubang pengeluaran

Ambil contoh semen dari lubang pengeluaran pada saat aliran semen konstan, hingga pengambilan contoh selesai seluruhnya. Perkiraan jumlah semen yang harus diambil dalam ton dengan menggunakan rumus:

$$\frac{0,001\,73}{35,314} \times d^3 \times 0,2$$

Keterangan:

d adalah kedalaman semen dalam meter, yang berada di atas lubang pengeluaran.

Apabila contoh semen diambil dari gudang semen curah yang berbentuk silinder, pengambilan contoh hanya dilakukan dari salah satu lubang pengeluaran saja. Apabila jumlah semen curah dalam gudang tersebut melebihi 1 200 ton, dan juga apabila gudangnya berbentuk segi empat, contoh semen yang diambil tetapi tidak dari lubang pengeluaran, jumlahnya sedemikian rupa sehingga harus mewakili lebih dari setengah jumlah semen yang tersimpan dalam gudang tersebut.

Pada saat semen sedang mengalir melalui lubang pengeluaran ambil contoh semen pada setiap selang waktu tertentu, sehingga harus mewakili lebih dari setengah jumlah semen yang tersimpan dalam gudang tersebut.

Pada saat semen sedang mengalir melalui lubang pengeluaran ambil contoh semen pada setiap selang waktu tertentu, sehingga pada setiap aliran 400 ton semen diambil paling sedikit 2 contoh kutip dari bin atau silo.

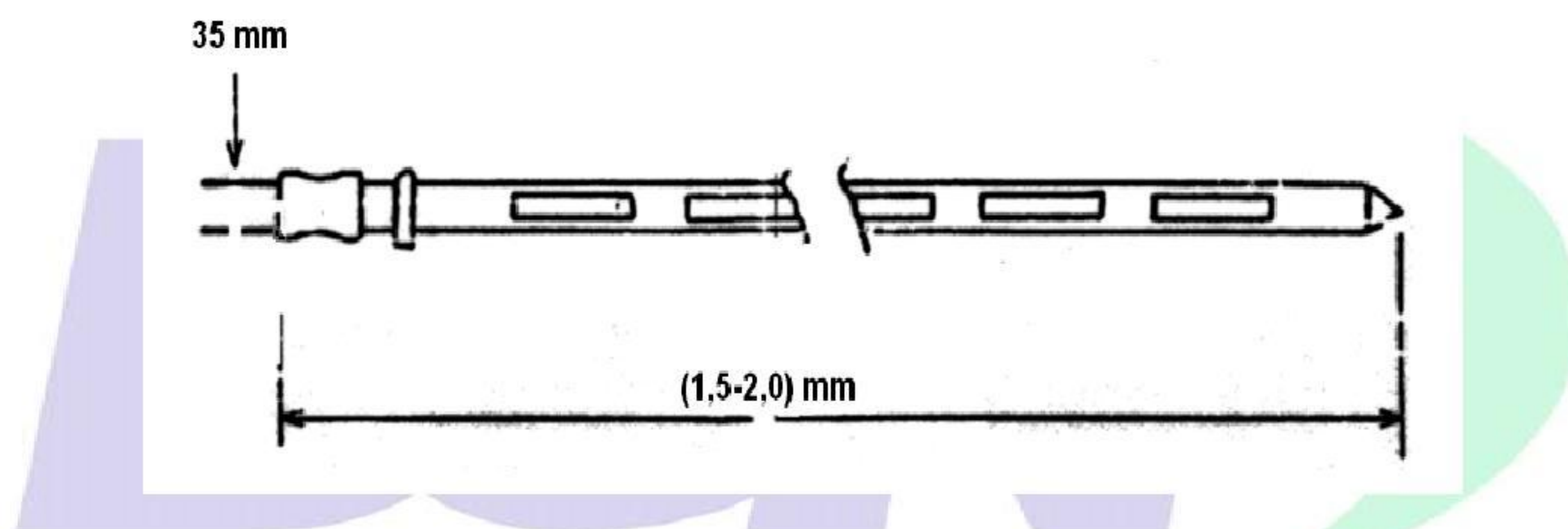
6.6.3.2 Dari gudang semen curah dan kapal semen curah dengan menggunakan alat pengambilan contoh

Apabila kedalaman semen curah yang akan diambil contohnya tidak melebihi 2,1 meter, contoh semen bisa didapat dengan menggunakan alat pengambil contoh untuk semen curah yang terlihat pada Gambar 1. Panjang antara 1,5 m sampai 1,8 m dan diameter luar kira-kira 35 mm, yang terdiri dari 2 pipa dilapisi kuningan dengan sederet lubang-lubang yang bisa dibuka dan ditutup dengan jalan memutar pipa bagian dalam. Ujung pipa luar berbentuk runcing sehingga memudahkan untuk penetrasi.

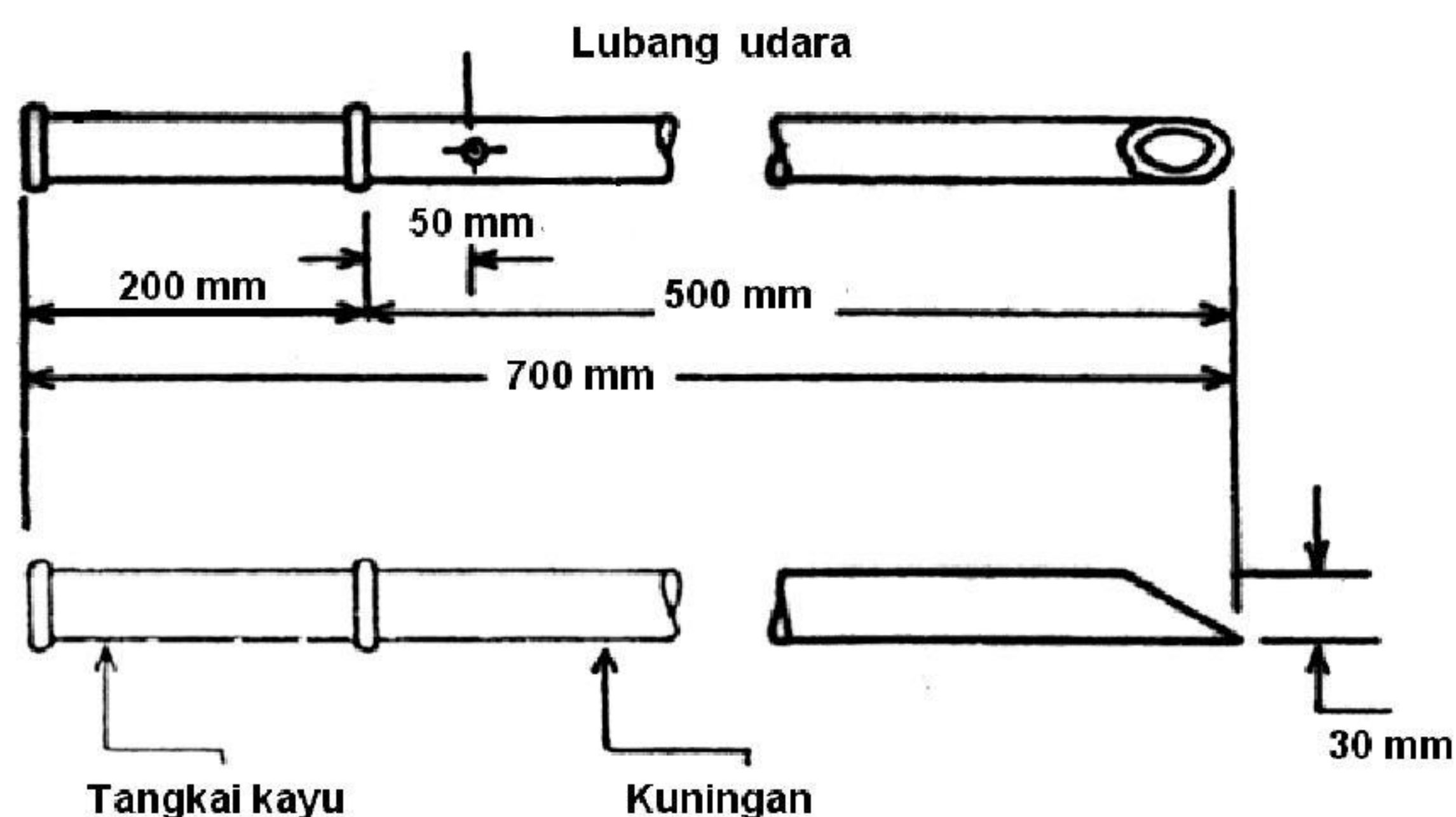
Ambil contoh semen dari titik-titik yang tersebar dengan rata dengan kedalaman yang berbeda sehingga keseluruhan semen yang diambil akan terwakili.

6.6.3.3 Dari kantong semen dengan menggunakan alat pengambil contoh dalam kantong

Tusukkan alat pengambil contoh dalam kantong seperti terlihat pada Gambar 2, secara melintang melalui lubang kantong semen. Kemudian tutup lubang udara dengan ibu jari, lalu tarik alat tersebut. Ambil satu contoh dari kantong semen untuk setiap 5 ton atau kelipatannya.



Gambar 1 – Pipa pengambil contoh semen



Gambar 2 – Pipa pengambil semen dalam kemasan

6.6.3.4 Dari pengiriman semen curah dengan kereta api atau truk

6.6.3.4.1 Pengiriman tunggal

Apabila pengiriman dilakukan hanya dengan menggunakan satu gerbong kereta atau satu truk semen, yang secara terus menerus dimuat dan yang berasal dari satu sumber, ambil satu contoh semen yang beratnya 5 kg.

Apabila tidak terus menerus dimuat dan tidak diketahui sumbernya, gabungkan 5 atau lebih bagian contoh semen dari beberapa titik yang berlainan untuk dijadikan contoh uji.

6.6.3.4.2 Pengiriman jamak

Apabila pengiriman terdiri dari beberapa gerbong kereta api atau beberapa truk semen yang dimuat dari sumber yang sama dan pada hari yang sama, ambil contoh semen untuk setiap 100 ton atau kelipatannya, tetapi tidak boleh kurang dari 2 contoh. Perlakuan contoh semen tersebut sebagai contoh lot semen. Dan uji contoh sesuai dengan prosedur yang dijelaskan pada bagian "berat contoh untuk pengujian".

6.7 Penyimpanan contoh semen

Setelah contoh semen diambil, segera tempatkan pada tempat yang kedap udara dan uap air untuk mencegah terjadinya penyerapan air atau aerasi dari contoh semen tersebut. Apabila contoh semen ditempatkan pada tempat yang terbuat dari kaleng, tutup rapat-rapat dan segera disegel. Gunakan kantong yang terdiri dari beberapa lapis kertas yang kedap uap air, atau kantong plastik, yang cukup kuat sehingga tidak pecah, usahakan segera disegel setelah pengisian sedemikian rupa agar udara dalam kantong tersebut ke luar dan penyerapan uap air serta aerasi dicegah.

Contoh semen harus diperlakukan sebagaimana diuraikan pada bagian "Penyiapan contoh uji".

6.8 Penyiapan contoh uji

Sebelum pengujian, ayak semen melalui ayakan berukuran 850 μm (ayakan no. 200 atau ayakan lainnya yang mempunyai ukuran bukaan yang kira-kira sama).

Agar contoh tercampur dengan baik, pecahkan gumpalan-gumpalan, dan ambil kotoran-kotoran. Buang kotoran dan gumpalan yang telah mengeras yang tidak bisa pecah selama pengayakan. Simpan semen di tempat yang kedap udara untuk mencegah penyerapan uap air sebelum dilakukan pengujian.

6.9 Gagal memenuhi persyaratan dan pengujian ulang

6.9.1 Apabila ada dari hasil pengujian gagal memenuhi persyaratan, lot semen tersebut tidak dilaporkan sebagai semen yang tidak memenuhi persyaratan spesifikasi sampai kegagalannya dikonfirmasi dengan jumlah pengujian ulang.

6.9.2 Suatu pengujian ulang boleh terdiri satu jenis pengujian atau seluruh pengujian secara lengkap.

6.9.3 Pengujian ulang harus dilakukan sesuai dengan ketentuan spesifikasi yang dipakai. Apabila ketentuan ini tidak diberikan, prosedur di bawah ini harus digunakan.

6.9.4 Lakukan pengujian ulang dari sebagian contoh semen yang digunakan pada pengujian awal. Gunakan metode lain untuk penentuan dari sifat-sifat semen yang diperlukan pada pengujian ulang dan dalam hal ini hanya hasil pengujian yang didapatkan dengan metode lain yang dipakai.

Pengujian ulang harus terdiri dari sejumlah penetapan yang diperlukan sebagaimana untuk pengujian awal. Jumlah pengulangan yang digunakan merupakan dasar pada ketentuan ketelitian. Apabila dua atau lebih penetapan diperlukan, harga yang dilaporkan harus merupakan harga rata-rata dari semua hasil uji yang berada pada batas-batas ketelitian pada metode 95% tingkat kepercayaan, sebagaimana dinyatakan pada spesifikasi yang digunakan atau dikenal secara umum.

7 Cara uji

7.1 Metode uji kimia

Setiap metode uji yang menunjukkan ketelitian dan penyimpangan yang dapat diterima bisa digunakan untuk analisis semen hidrolis, termasuk metode uji *referee*, seperti yang diterangkan pada 7.1.1.

Metode uji kimia spesifik diberikan untuk kemudahan bagi yang ingin menggunakannya. Metode uji dikelompokkan sebagai metode uji *referee* dan metode uji alternatif. Metode uji *referee* merupakan metode uji kimia basah yang telah diterima, yang memberikan suatu skema dasar terpadu dari analisis semen hidrolis.

Metode uji alternatif pada umumnya memberikan penentuan individu dari komponen tertentu dan dapat digunakan tersendiri atau sebagai alternatif dan penentuan secara terpadu bila diinginkan oleh analis seperti yang ditunjukkan pada metode individu. Masing-masing analisis harus mampu menunjukkan keterampilan tinggi seperti yang diterangkan pada 7.1.1, jika metode ini dipergunakan.

7.1.1 Cara uji semen dan variasi yang diizinkan

7.1.1.1 Metode uji *referee*

Metode uji *referee* seperti seperti yang tercantum pada 7.1.3.1 sampai dengan 7.1.3.16 atau metode uji lain yang ditetapkan sesuai 7.1.4, digunakan apabila hasil analisis dengan metode uji *referee* diragukan memenuhi persyaratan kimia.

Dalam kasus seperti ini, semen tidak dapat ditolak karena tidak memenuhi persyaratan kimia kecuali bila semua penentuan unsur-unsur dan semua pemisahan pendahuluan yang diperlukan telah dilakukan dengan metode uji *referee*.

Apabila terjadi keraguan, analisis harus dilakukan dua kali pada hari yang berlainan.

Apabila hasilnya tidak sesuai dengan variasi yang diizinkan pada Tabel 1, penentuan diulangi sampai 2 atau 3 hasilnya memenuhi variasi yang diperbolehkan untuk tujuan perbandingan analisis dan perhitungan rata-rata hasil yang dapat diterima, persentase harus dihitung hingga sedekat mungkin 0,01 (atau 0,000 1 untuk senyawa organik yang larut dalam kloroform), meskipun ada sebagian hasil rata-rata dilaporkan hingga ketelitian 0,1.

Tabel 6 – Perbedaan hasil uji yang diizinkan

No	Komponen	Perbedaan maksimum dua pengujian	Perbedaan maksimum dari rata-rata dua penetapan menurut SRM <i>Certificate</i> (satuan dalam %)
1	SiO ₂ (Silikon dioksida)	0,16	± 0,2
2	Al ₂ O ₃ (Aluminium oksida)	0,20	± 0,2
3	Fe ₂ O ₃ (Besi(III) oksida)	0,10	± 0,10
4	CaO (Kalsium oksida)	0,20	± 0,30
5	MgO (Magnesium oksida)	0,16	± 0,2
6	SO ₃ (Sulfur trioksida)	0,10	± 0,1
7	HP (Hilang pijar)	0,10	± 0,10
8	Na ₂ O (Natrium oksida)	0,03	± 0,05
9	K ₂ O (Kalium oksida)	0,03	± 0,05
10	TiO ₂ (Titanium dioksida)	0,02	± 0,03
11	P ₂ O ₅ (Posfor pentaoksida)	0,03	± 0,03
12	ZnO (Seng oksida)	0,03	± 0,03
13	Mn ₂ O ₃ (Mangan oksida)	0,03	± 0,03
14	S (Sulfida)	0,01	-
15	Cl (Klorida)	0,003	-
16	IR (Bagian tak larut)	0,10	-
17	FL (Kalsium oksida bebas)	0,20	-
18	Alk sol (Alkali yang larut dalam air)	0,75/w	-
19	Chl sol (Senyawa organik yang larut dalam kloroform)	0,004	-

7.1.1.2 Metode uji alternatif

Dalam beberapa kasus metode alternatif memberikan prosedur yang lebih pendek atau lebih cocok digunakan untuk penentuan rutin komponen-komponen tertentu daripada metode uji *referee* (lihat CATATAN).

Dalam beberapa hal, prosedur yang lebih kompleks dan lebih panjang, tetap dipakai sebagai metode uji alternatif untuk membandingkan hasil-hasil dengan prosedur yang berbeda atau untuk digunakan jika material khusus sedang diuji dengan gangguan-gangguan yang dapat diduga, atau apabila persiapan khusus untuk analisis diperlukan. Hasil uji dari metode uji alternatif boleh digunakan sebagai dasar untuk penerimaan atau penolakan apabila hasilnya jelas menunjukkan bahwa semen benar-benar memenuhi atau tidak memenuhi persyaratan spesifikasi.

CATATAN Hal ini tidak bermaksud untuk membatasi penggunaan metode uji *referee* untuk analisis referensi. Suatu metode uji *referee* lebih baik digunakan daripada suatu metode uji alternatif apabila sangat diperlukan. Suatu metode uji referensi harus digunakan jika metode uji alternatif tidak diberikan.

Analisa ganda dan penetapan blangko tidak diperlukan jika menggunakan metode uji alternatif. Tapi jika suatu penentuan blangko diinginkan untuk suatu uji alternatif, yang ini boleh digunakan dan itu tidak perlu dilakukan jika telah diperoleh bersamaan dengan analisis.

Hasil akhir, jika dikoreksi terhadap nilai blangko, dalam tiap kasus harus ditunjukkan.

7.1.2 Umum

- a) Pereaksi yang beratnya dinyatakan dengan “kira-kira 5 gram” cukup ditimbang dengan nilai kasar.
- b) Isi larutan yang dinyatakan dengan “kira-kira 300 mL cukup diamati dengan mata, isi yang “10 mL” cukup dengan gelas ukur dan isi yang dinyatakan “tepat 25 mL” harus diukur dengan buret atau pipet.
- c) “Dingin” harus diartikan suhu ruang, “hangat” suhu antara (30-40) °C, dan “panas” harus diartikan suhu dekat pada suhu air mendidih (90-95) °C.
- d) Pembacaan buret harus sampai 0,01 mL dan jika yang dipakai ialah larutan dengan titer yang rendah, harus dipergunakan buret mikro.
- e) Bila dalam pengujian dipergunakan air, maka yang dimaksud air adalah aquades.

7.1.2.1 Peralatan dan bahan

7.1.2.1.1 Peralatan

- (1) Peralatan timbangan: Timbangan analitik dengan kapasitas tidak lebih dari 200 gram. Timbangan harus mampu menghasilkan pembacaan ulang dengan perbedaan tidak lebih dari 0,000 2 gram dengan ketelitian 0,000 2 gram.
- (2) Peralatan laboratorium yang terbuat dari gelas dan bahan polietilen:
 - a) Labu takar, buret dan pipet harus dalam tingkat presisi yang tinggi.
 - b) Alat-alat gelas tipe khusus seperti gelas berwarna, gelas silika tinggi dan gelas yang tahan alkali.
 - c) Wadah yang terbuat dari polietilen untuk semua larutan alkali dan larutan baku.
 - d) Desikator dilengkapi dengan pengering seperti magnesium perklorat, alumina aktif, atau asam sulfat. Kalsium sulfat anhidrat dapat juga digunakan, tetapi kalsium klorida tidak sesuai dalam analisis ini.
 - e) Kertas saring: berpori kasar, berpori halus, dan berpori medium.
 - f) Krusibel: Krusibel yang terbuat dari platina dengan kapasitas (15-30) mL.
 - g) Tungku pemanas: Tungku yang dilengkapi pirometer dengan ketelitian ± 25 °C.

7.1.2.1.2 Bahan

Untuk semua uji harus digunakan pereaksi “*chemical grade*”, kecuali jika disarankan lain. Pereaksi lain yang digunakan harus mempunyai kemurnian yang cukup tinggi tanpa mengurangi ketelitian penetapan.

(1) Konsentrasi pereaksi

a) Pereaksi siap pakai

Larutan standar pereaksi siap pakai atau dalam konsentrasi yang telah diencerkan dapat digunakan apabila dilengkapi spesifikasi dari tingkat kemurniannya.

b) Asam pekat dan amonium hidroksida

Apabila asam-asam dan ammonium hidroksida hanya dilengkapi dengan persyaratan berdasarkan nama dan rumus kimia, hal itu harus diartikan bahwa pereaksi harus dalam keadaan pekat sesuai dengan berat jenis (b.j) atau konsentrasi dengan berat seperti berikut:

Asam asetat (CH_3COOH)	99,95%
Asam klorida (HCl)	b.j 1,19
Asam fluorida (HF)	48%
Asam nitrat (HNO_3)	b.j 1,42
Asam fosfat (H_3PO_4)	85%
Asam sulfat (H_2SO_4)	b.j 1,84
Amonium hidroksida (NH_4OH)	b.j 0,90

c) Asam dan amonium hidroksida encer

Dispesifikasi sebagai suatu perbandingan dari volume pereaksi pekat terhadap volume air yang ditambahkan, sebagai contoh HCl (1+99), berarti 1 volume HCl pekat (b.j 1,19) ditambahkan 99 volume air.

d) Larutan baku

Konsentrasi larutan baku dinyatakan dalam normalitas (N) atau sebagai kesetaraan dalam gram per milliLiter dari komponen yang ditentukan. Sedikitnya tiga kali penentuan harus ditentukan untuk mendapatkan hasil rata-rata dari pembakuan.

e). Konsentrasi larutan non baku disiapkan dengan melarutkan pereaksi padat dalam satuan berat tertentu yang dilarutkan dalam pelarut air, kecuali jika pelarut ditentukan lain.

(2) Larutan indikator

- a) Metil merah: 2 gram metil merah/L dalam etanol 95%.
- b) Phenolphthalein: 1 gram phenolphthalein/L dalam etanol 95%.

7.1.2.2 Urutan laporan komponen-komponen analisis kimia semen portland yang disarankan

(1) Komponen mayor

- a) SiO_2 (Silikon dioksida)
- b) Al_2O_3 (Aluminium oksida)
- c) Fe_2O_3 (Besi (III) oksida)
- d) CaO (Kalsium oksida)
- e) MgO (Magnesium oksida)
- f) SO_3 (Sulfur trioksida)
- g) Hilang pijar

(2) Komponen minor

- a) Na_2O (Natrium oksida)
- b) K_2O (Kalium oksida)
- c) TiO_2 (Titanium dioksida)
- d) P_2O_5 (Posfor pentaoksida)
- e) ZnO (Seng oksida)
- f) Sulfida sulphur
- g) Mn_2O_3 (Mangan oksida)

- (3) Penentuan terpisah
- Bagian tak larut
 - Senyawa organik yang larut dalam kloroform
 - Kalsium oksida bebas
 - Alkali yang larut dalam air

7.1.3 Metode *referee*

7.1.3.1 Bagian tak larut

7.1.3.1.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode ini bagian tak larut dari semen ditentukan dengan mendigest contoh dalam HCl. Setelah penyaringan, selanjutnya didigest dengan natrium hidroksida. Residu yang diperoleh dipijarkan dan ditimbang.

Apabila metode uji ini digunakan pada semen campuran (*blended cement*), penguraian dalam asam dianggap sempurna jika terak semen portland terurai seluruhnya.

Larutan ammonium nitrat digunakan pada pencucian akhir untuk mencegah bahan tak larut yang halus lolos dari kertas saring.

7.1.3.1.2 Pereaksi

- Larutan ammonium nitrat (NH_4NO_3 20 gram/L).
- Larutan natrium hidroksida (NaOH 10 gram/L).

7.1.3.1.3 Prosedur

- Timbang 1 gram contoh, masukkan ke dalam gelas kimia 250 mL, tambahkan 25 mL air dan 5 mL HCl.
- Bila perlu panaskan larutan dan tekan-tekan contoh dengan ujung batang pengaduk kaca sampai terurai sempurna.
- Encerkan larutan sampai dengan 50 mL dengan air panas dan panaskan di atas pelat panas sampai mendekati titik didih.
- Saring melalui kertas saring berpori medium ke dalam gelas kimia 400 mL, cuci gelas kimia, kertas saring dan endapan 10 kali dengan air panas dan filtrat digunakan untuk penetapan SO_3 .
- Pindahkan kertas saring dan endapan ke dalam gelas kimia semula, tambahkan 100 mL larutan NaOH panas (10 gram/L) dan didigest selama 15 menit pada suhu hampir mendidih.
- Selama didigest sekali-sekali aduk campuran dan hancurkan kertas saring dengan batang pengaduk. Asamkan larutan dengan HCl dan gunakan metil merah sebagai indikator, tambahkan HCl berlebih (4-5) tetes.
- Saring dengan kertas saring berpori medium dan cuci endapan sekurang-kurangnya 14 kali dengan larutan NH_4NO_3 panas (20 gram/L) untuk meyakinkan bahwa kertas saring dan isinya tercuci sempurna. Kertas saring dan isinya dimasukkan ke dalam krusibel yang telah diketahui beratnya. Bakar dan pijarkan pada suhu (900 - 1 000) °C sekurang-kurangnya 30 menit. Dinginkan dalam desikator kemudian timbang.

h) Blangko

Lakukan penetapan blangko dengan menggunakan pereaksi dan cara yang sama. Perhitungkan hasilnya sebagai koreksi dalam perhitungan.

7.1.3.1.4 Perhitungan

Hitung kadar bagian tak larut dengan ketelitian sampai 0,01%.

$$\% \text{ bagian tak larut} = \frac{\text{Berat endapan}}{\text{Berat contoh}} \times 100$$

7.1.3.2 Silikon dioksida (SiO₂)

Untuk semen portland yang belum diketahui bagian tak larutnya, tentukan dahulu sesuai dengan 7.1.3.1.

Untuk semen portland yang persentase bagian tak larutnya lebih kecil dari 1%, lanjutkan ke 7.1.3.2.1, untuk semen yang bagian tak larutnya lebih besar dari 1%, lanjutkan ke 7.1.3.2.2.

7.1.3.2.1 Silikon dioksida dengan bagian tak larut lebih kecil dari 1%**7.1.3.2.1.1 Ringkasan metode uji**

Dalam metode uji ini silikon dioksida (SiO₂) ditentukan secara gravimetri.

Tambahkan ammonium klorida dan larutan tidak boleh diuapkan sampai kering. Metode ini dikembangkan terutama untuk semen hidrolis yang hampir terurai sempurna dengan asam klorida dan jangan digunakan untuk semen hidrolis yang mengandung sebagian besar bahan-bahan yang tidak larut dalam asam dan memerlukan peleburan Natrium karbonat lebih dahulu. Untuk semen seperti itu, atau jika memerlukan spesifikasi standar untuk semen yang dianalisis, prosedur pada butir 7.1.3.2.2 harus digunakan.

7.1.3.2.1.2 Pereaksi

- a) Ammonium klorida (NH₄Cl).
- b) Asam klorida (HCl).
- c) Asam klorida (HCl)(1+99).
- d) Asam nitrat (HNO₃).
- e) Asam sulfat (H₂SO₄)(1+1).
- f) Asam fluorida (HF).

7.1.3.2.1.3 Prosedur

- a) Campurkan semen secara merata 0,5 gram contoh dengan kira-kira 0,5 gram NH₄Cl dalam gelas kimia 50 mL, tutuplah gelas kimia dengan kaca arloji dan tambahkan dengan hati-hati 5 mL HCl dengan jalan menuangkan melalui tepi sebelah dalam gelas kimia. Setelah reaksi kimia selesai, angkatlah kaca arloji, tambahkan 1 atau 2 tetes HNO₃, aduk campuran dengan batang pengaduk kaca, tutup kembali dan letakkan gelas kimia di atas penangas uap selama 30 menit.

Selama waktu *digest* ini sekali-kali aduk isi gelas dan hancurkan gumpalan-gumpalan yang masih ada untuk mempermudah terjadinya penguraian yang sempurna dari semen.

Pasang kertas saring yang berpori medium pada corong, pindahkan gumpalan asam silikat ke atas saringan sebanyak mungkin tanpa pengenceran, dan biarkan larutan menetes.

Gosok dinding sebelah dalam gelas kimia dengan batang pengaduk yang dilengkapi karet penggosok, dan bilas gelas kimia serta batang pengaduk dengan HCl panas (1+99).

Cuci kertas saring dengan HCl panas (1+99) dan kemudian cuci dengan air panas sedikit demi sedikit sebanyak 10 atau 12 kali, simpan filtrat dan air cucian untuk penentuan golongan ammonium hidroksida.

- b) Pindahkan kertas saring dan endapan ke dalam krusibel yang telah diketahui beratnya, keringkan dan pijarkan perlahan-lahan pada suhu rendah sampai karbon dari kertas saring hilang tanpa ada nyala dari kertas saring, kemudian lanjutkan pemijaran pada suhu (1 100 - 1 200) °C selama 1 jam.

Kemudian pijarkan kembali sampai berat tetap (w_1). Perlakukan SiO_2 yang diperoleh yang masih mengandung sedikit pengotor dalam krusibel dengan 1 mL atau 2 mL air, 2 tetes H_2SO_4 (1+1) dan kurang lebih 10 mL HF, dan uapkan dengan hati-hati sampai kering.

Akhirnya pijarkan residu yang sedikit pada suhu (1 050 – 1 100) °C selama 5 menit, dinginkan dalam desikator dan timbang (w_2). Perbedaan berat antara (w_2) ini dengan sebelum diberi HF (w_1) adalah berat SiO_2 . Perlu diingat berat residu sisa setelah penguapan SiO_2 merupakan gabungan Aluminium oksida dan besi (III) oksida, dan masukkan ke dalam larutan yang diperoleh untuk penentuan golongan ammonium hidroksida.

- c) Apabila hasil penguapan dengan HF melebihi 0,002 0 gram, penetapan silika harus diulang, langkah yang harus diambil untuk meyakinkan terjadinya penguraian dari contoh sebelum pemisahan silika dilakukan dan penetapan selanjutnya dari ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$, CaO dan MgO) ditetapkan dengan filtrat yang baru dan residu yang diperoleh setelah ditambah HF mempunyai berat 0,002 0 gram atau kurang, kecuali seperti yang ditetapkan pada 7.1.3.2.1.3 butir d) dan 7.1.3.2.1.3 butir e).
- d) Jika setelah dua atau tiga penetapan diulang dan ternyata residu yang diperoleh setelah ditambah HF tetap lebih besar dari 0,002 0 gram, maka dapat dinyatakan terjadi pengotoran pada waktu pengambilan contoh atau selama waktu proses pembuatan semen tersebut pembakarannya tidak sempurna. Dalam kasus seperti ini endapan hasil yang diperoleh tidak boleh dilebur dan ditambahkan ke dalam filtrat untuk penentuan golongan ammonium hidroksida, tetapi laporkan hasil tersebut sebagai hasil endapan yang diperoleh.
- e) Pada keadaan ini tambahkan 0,5 gram natrium atau kalium pirosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ atau $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) ke dalam krusibel dan panaskan hampir pijar sampai endapan pengotor lebur, dinginkan dan larutkan dengan air dan satukan dengan filtrat, dan satukan dengan cucian disimpan untuk penetapan golongan ammonium hidroksida.
- f) Lakukan penetapan blangko dengan menggunakan pereaksi dan cara uji yang sama dan perhitungkan hasilnya sebagai koreksi dalam perhitungan.

7.1.3.2.1.4 Perhitungan

Hitung kadar SiO₂ dengan ketelitian sampai 0,1%.

$$\% \text{ SiO}_2 = \frac{(w_1 - w_2)}{w} \times 100$$

Keterangan:

- w₁ adalah berat endapan sebelum ditambah HF, gram;
 w₂ adalah berat endapan setelah ditambah HF, gram;
 w adalah berat contoh, gram.

7.1.3.2.2 Silikon dioksida dengan bagian tak larut lebih besar dari 1%

7.1.3.2.2.1 Ringkasan metode uji

Metode uji ini didasarkan pada peleburan natrium karbonat diikuti dengan penguapan berulang larutan asam klorida sampai kering untuk merubah bentuk silika menjadi bentuk tak larut.

Larutan disaring dan endapan silika tak larut dipijarkan dan ditimbang. SiO₂ diuapkan dengan HF, kemudian dipijarkan dan ditimbang.

7.1.3.2.2.2 Pereaksi

- Natrium karbonat (Na₂CO₃).
- Asam klorida (HCl).
- Asam klorida (HCl)(1+3).
- Asam klorida (HCl)(1+99).
- Asam klorida (HCl)(1+1).

7.1.3.2.2.3 Prosedur

- Timbang sejumlah contoh yang telah dipijarkan yang setara dengan 0,5 gram contoh seperti yang dihitung sesuai dengan rumus berikut:

$$W = \frac{\{0,5 (100,00 - HP)\}}{100}$$

Keterangan:

- W adalah berat contoh yang dipijarkan, gram;
 HP adalah hilang pijar, %.

Bahan yang telah dipijarkan pada penentuan hilang dapat dipakai sebagai contoh.

Campurkan secara merata contoh dengan (4–6) gram Na₂CO₃ dengan jalan menggiling di dalam mortar agate.

Lapisi dasar krusibel dengan lapisan tipis Na₂CO₃, tambahkan campuran semen-Na₂CO₃ di atasnya kemudian tutup campuran dengan lapisan tipis Na₂CO₃.

Letakkan krusibel yang telah tertutup di atas nyala api yang sedang dan nyala api dinaikkan perlahan-lahan sampai maksimum (± 100 °C) dan pertahankan suhu ini sampai campuran *quiescent* (± 45 menit).

Pindahkan pembakar, buka penutup letakkan pada tempat lain, jepit krusibel dengan penjepit dan putar krusibel perlahan-lahan sehingga isi yang berupa lelehan menyebar dan memadat sebagai lapisan tipis di bagian dalam dinding cawan.

Dinginkan krusibel beserta tutupnya. Bilas dinding sebelah luar dari krusibel dan tempatkan krusibel di dalam *casserole* dengan volume 300 mL yang sepertiga volumenya berisi air.

Hangatkan *casserole* dan aduk sehingga kerak di dalam krusibel pecah-pecah dan dapat dipindahkan dengan mudah.

Dengan menggunakan batang pengaduk kaca, keluarkan krusibel dari *casserole*, bilas dengan air sampai bersih. Bilas krusibel dan tutupnya dengan HCl (1+3), air bilasan ditambahkan ke dalam *casserole*.

Tambahkan 20 mL HCl (b.j 1,19) dengan hati-hati dan perlahan-lahan ke dalam *casserole* tertutup. Angkat dan bilas penutupnya. Apabila ada partikel berbentuk butiran berarti peleburan tidak sempurna dan pengujian harus diulang menggunakan contoh baru.

Perhatian:

Urutan langkah pengujian harus diikuti secara benar untuk menghasilkan hasil yang tepat dan teliti.

- b) Uapkan larutan sampai kering di atas penangas uap (sampai tidak terlihat gumpalan) tanpa pemanasan residu lebih lanjut, tambahkan (5-10) mL HCl, diamkan sekurang-kurangnya 2 menit, tambahkan sejumlah air yang sama (5 mL -10 mL).

Tutup krusibel dan *digest* selama 10 menit di atas penangas uap atau pelat panas. Encerkan larutan dengan air panas dengan jumlah yang sama, saring dengan kertas saring berpori medium dan cuci SiO₂ yang terpisah dengan HCl panas (1+99), kemudian dengan air panas, simpan endapan.

- c) Uapkan lagi filtrat sampai kering dan panggang endapan dalam oven pada suhu (105-110) °C selama 1 jam, dinginkan, tambah (10-15) mL HCl (1+1) dan *digest* pada penangas uap atau pelat panas selama 10 menit. Encerkan dengan sejumlah air yang sama, segera saring dengan kertas saring baru, dan cuci endapan SiO₂ seperti pada 7.1.3.2.2.3 butir b), aduk campuran filtrat beserta air cucian dan simpan untuk penentuan golongan ammonium hidroksida sesuai dengan 7.1.3.3 penentuan golongan ammonium hidroksida. Lanjutkan penentuan SiO₂ sesuai dengan 7.1.3.2.1.3 butir b).

7.1.3.3 Golongan ammonium hidroksida (R₂O₃)

7.1.3.3.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode ini aluminium oksida, besi (III) oksida, titanium dioksida, dan posfor pentaoksida diendapkan dari filtrat, setelah SiO₂ dipisahkan dengan cara penambahan ammonium hidroksida. Apabila dilakukan dengan lebih hati-hati endapan mangan dioksida akan mengendap. Endapan dipijarkan dan ditimbang sebagai oksida.

7.1.3.3.2 Pereaksi

- Asam klorida (HCl b.j 1,19).
- Asam klorida (HCl)(1+2).
- Ammonium hidroksida (NH₄OH)(1+1).
- Ammonium nitrat (NH₄NO₃).

7.1.3.3.3 Prosedur

- a) Filtrat yang disimpan pada 7.1.3.2.1.3 butir a) (lihat butir prosedur) yang volumenya 200 mL, jika perlu ditambah HCl untuk meyakinkan jumlah asam seluruhnya dalam filtrat (10-15) mL.

Tambahkan beberapa tetes indikator metil merah dan panaskan hingga mendidih.

Kemudian teteskan NH_4OH (1+1) hingga larutan berwarna kuning, dan tambahkan satu tetes berlebih.

Panaskan larutan yang mengandung endapan sampai mendidih dan dididihkan selama (50-60) detik.

Untuk menghindari terjadinya *bumping* selama pendidihan larutan maka dapat dilakukan dengan cara lain yaitu:

Men-*digest* di atas pelat panas yang mempunyai suhu sama dengan penangas uap selama 10 menit.

Biarkan endapan turun (tidak boleh lebih dari lima menit) dan saring dengan menggunakan kertas saring berpori medium. Cuci dengan larutan ammonium nitrat panas (NH_4NO_3 20 gram/L), untuk endapan yang sedikit dicuci sebanyak dua kali, sedangkan untuk endapan yang banyak dicuci empat kali.

- b) Kumpulkan filtrat dan pindahkan endapan beserta kertas saringnya ke dalam gelas kimia yang semula digunakan untuk pengendapan.

Larutkan endapan dengan HCl panas (1+2). Aduk sampai kertas saring hancur dan kemudian encerkan larutan dengan 100 mL air mendidih. Endapkan kembali hidroksida sesuai 7.1.3.3.3 butir a). Saring larutan dan cuci endapan dengan (4-10) mL larutan ammonium nitrat panas (NH_4NO_3 20 gram/L).

Gabungkan filtrat beserta larutan pencucinya dengan filtrat semula dan simpan untuk penentuan CaO sesuai 7.1.3.9.3 butir a).

- c) Tempatkan endapan dalam krusibel yang telah diketahui beratnya, panaskan perlahan-lahan sampai karbon dari kertas saring hilang, dan terakhir untuk mencegah reduksi, hati-hati pijarkan pada suhu (1 050 - 1 100) °C sampai berat tetap dan timbang sebagai golongan ammonium hidroksida.
- d) Lakukan penetapan blangko dengan mempergunakan pereaksi dan cara yang sama dan perhitungkan hasilnya sebagai koreksi dalam perhitungan.

7.1.3.3.4 Perhitungan

Hitung kadar R_2O_3 dengan ketelitian 0,1%.

$$\% \text{R}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Berat endapan}}{\text{Berat contoh}} \times 100$$

7.1.3.4 Besi (III) oksida (Fe_2O_3)

7.1.3.4.1 Ringkasan metode uji

Kadar Fe_2O_3 semen ditetapkan dari contoh tersendiri dengan mereduksi besi(III) menjadi besi(II) dengan timah(II) klorida (SnCl_2) dan dititrasi dengan larutan baku kalium bikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

Penetapan ini tidak dipengaruhi oleh titanium dan vanadium yang mungkin ada dalam semen.

7.1.3.4.2 Pereaksi

a) Larutan indikator barium diphenilamine sulfonat.

Larutkan 0,3 gram barium diphenilamine sulfonat dalam 100 mL air.

b) Larutan baku kalium dikromat (1 mL = 0,004 gram Fe_2O_3)

- Haluskan dan keringkan pereaksi baku primer kalium dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) NBS 136 pada suhu (180-200) °C sampai berat tetap.
- Timbang dengan teliti sebanyak 2,457 00 gram untuk 1 Liter larutan yang disiapkan.
- Larutkan dalam air dan encerkan dengan tepat sampai volume yang diinginkan dalam labu yang berukuran tepat. Larutan baku ini adalah larutan baku primer dan tidak perlu ditetapkan lagi.

c) Larutan timah(II) klorida

- Larutkan 5 gram timah(II) klorida ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dalam 10 mL HCl dan encerkan sampai 100 mL.
- Tambahkan butiran timah bebas besi dan didihkan sampai larutan dalam botol tetes tertutup yang berisi butiran timah.

7.1.3.4.3 Prosedur

Untuk semen portland yang bagian tak larutnya belum diketahui, terlebih dahulu tentukan bagian tak larut sesuai dengan cara uji yang dijelaskan pada prosedur ini. Apabila bagian tak larutnya diketahui, lakukan sesuai 7.1.3.4.3 butir a) atau 7.1.3.4.3 butir b).

a) Untuk semen portland dengan kadar bagian tak larut lebih kecil dari 1%

- Timbang 1 gram contoh ke dalam gelas kimia 500 mL atau wadah lain yang sesuai.
- Tambahkan 40 mL air dingin, sambil wadah digoyangkan tambahkan 10 mL HCl. Jika perlu panaskan larutan dan hancurkan semen dengan batang pengaduk kaca berujung rata sampai semua semen terurai sempurna. Lanjutkan analisis sesuai 7.1.3.4.3 butir b) i).

b) Untuk semen dengan kadar bagian tak larut lebih besar dari 1%

- Timbang 0,500 gram contoh, campur dengan 1 g LiBO_2 dengan menggunakan lumpang dan alu. Pindahkan ke dalam krusibel yang sebelum dipanaskan mengandung 0,1 gram LiBO_2 yang tersebar di dasarnya.

- Tutup dengan 0,1 gram LiBO_2 yang terlebih dahulu digunakan untuk membersihkan lumpang dan alu. Tempatkan krusibel tak bertutup dalam tungku yang telah diatur suhunya pada $1\ 100\ ^\circ\text{C}$ selama 15 menit. Pindahkan krusibel dari tungku dan periksa kesempurnaan peleburan. Jika leburan tidak sempurna, kembalikan krusibel ke dalam tungku selama 30 menit. Periksa kembali kesempurnaan peleburan. Jika peleburan tetap tidak sempurna, buang contoh dan ulangi prosedur peleburan menggunakan 0,250 gram contoh atau jumlah contoh yang lebih sedikit dengan jumlah LiBO_2 yang sama.
- Apabila leburan telah sempurna, segera goyang, hati-hati lelehan dan tuangkan ke dalam gelas kimia 150 mL yang berisi 10 mL HCl dan 50 mL air. Aduk terus menerus sampai hasil leburan larut, biasanya 10 menit atau kurang.
- Jika digunakan pengaduk magnet, pindahkan dan bilas batang pengaduk tersebut dan lanjutkan analisis sesuai 7.1.3.4.3 butir b) i).

- Panaskan larutan sampai mendidih dan tambahkan larutan SnCl_2 tetes demi tetes sambil diaduk dan dididihkan hingga larutan tidak berwarna.

Tambah satu tetes berlebih dan dinginkan larutan hingga suhu ruang dengan meletakkan gelas kimia pada pan yang berisi air dingin.

Setelah dingin dan tanpa ditunda-tunda bilas bagian dalam dinding gelas kimia dengan air, dan tambahkan sekaligus 10 mL larutan jenuh merkuri klorida (HgCl_2) dingin.

Aduk larutan dengan cepat selama satu menit dengan cara menggoyangkan gelas kimia dan tambahkan 10 mL H_3PO_4 (1+1) dan dua tetes larutan indikator barium diphenilamine sulfonat. Tambahkan air secukupnya hingga volume setelah titrasi berkisar antara (75 -100) mL.

Titrasi dengan larutan baku kalium dikromat. Titik akhir akan ditunjukkan dimana satu tetes menyebabkan warna merah lembayung yang tetap pada penambahan larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ berlebih.

7.1.3.4.4 Blangko

Lakukan penetapan blangko dengan menggunakan prosedur yang pereaksi yang sama. Rekam volume larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang diperlukan untuk menetapkan titik akhir seperti yang dijelaskan pada 7.1.3.4.3 butir b) i).

Diperlukan sejumlah besi supaya mencapai titik akhir, jika tidak terlihat warna lembayung yang jelas setelah penambahan empat tetes larutan baku $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ maka dalam blangko tidak terdapat besi.

7.1.3.4.5 Perhitungan

Hitung kadar Fe_2O_3 dengan ketelitian 0,01% (dilaporkan dengan ketelitian 0,1%) sebagai berikut:

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = E \times (V-B) \times \frac{100}{W}$$

Keterangan :

- E adalah kesetaraan Fe_2O_3 terhadap larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, gram/mL;
 V adalah miliLiter $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang diperlukan pada penetapan contoh;
 B adalah miliLiter $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang diperlukan pada penetapan blangko;
 W adalah berat contoh dengan ketelitian 0,1 miligram.

7.1.3.5 Posfor pentaoksida (P_2O_5)

7.1.3.5.1 Ringkasan metode uji

Metode uji kolorimetri ini digunakan untuk menentukan P_2O_5 dalam semen portland. Pada kondisi pengujian ini biasanya tidak ada unsur lain yang dapat mengganggu dalam semen portland.

7.1.3.5.2 Peralatan

Spektrofotometer, instrumen harus dilengkapi untuk mengukur absorbansi larutan pada panjang gelombang 725 nm. Pengukuran panjang gelombang harus dapat diulangi dalam toleransi ± 1 nm atau lebih kecil. Pada daerah absorbansi dari 0,1 – 1,0, pengukuran absorbansi harus dapat diulang dalam toleransi $\pm 1\%$ atau lebih kecil. Untuk memastikan bahwa spektrofotometer dapat digunakan dengan tingkat ketelitian yang memuaskan, kualifikasi instrumen sesuai dengan spesifikasi menggunakan prosedur 7.1.3.5.4.

7.1.3.5.3 Pereaksi

a) Larutan amonium molibdat

- Masukkan 500,0 mL H_2SO_4 10,6 N dalam labu takar 1 Liter
- Larutkan 25,0 gram ammonium molibdat ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) dalam 250 mL air hangat dan pindahkan ke dalam labu takar yang berisi H_2SO_4 , sambil labu digoyang.
- Dinginkan, encerkan hingga 1 Liter dengan air, dan simpan dalam botol plastik.

b) Serbuk asam askorbat

Untuk memudahkan pelarutannya, gunakan yang paling halus.

c) Asam klorida baku ($6,5 \pm 0,1N$)

- Encerkan 540 mL HCl (b.j 1,19) hingga 1 Liter dengan air.
- Bakukan terhadap larutan NaOH baku 7.1.3.5.3 butir f) dengan menggunakan indikator phenolphthalein.
- Tentukan normalitas dengan tepat dan atur pada $6,5 N \pm 0,1 N$ dengan pengenceran air.
- Bakukan kembali untuk meyakinkan bahwa normalitas yang tepat telah tercapai.

d) Larutan baku fosfat A

Larutkan 0,191 7 gram kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4) yang telah kering ke dalam air dan encerkan hingga 1 Liter dalam labu takar.

e) Larutan baku fosfat B

Encerkan 50 mL larutan fosfat A hingga 500 mL dengan air.

- f) Larutan natrium hidroksida baku (1 N)
- Larutkan 40,0 gram natrium hidroksida (NaOH) dalam air, tambahkan 10 mL larutan larutan jenuh barium hidroksida ($\text{Ba}(\text{OH})_2$) yang baru disaring, dan encerkan hingga 1 Liter dengan air yang baru saja dididihkan dan didinginkan.
 - Kocok larutan dari waktu ke waktu selama beberapa jam, dan saring ke dalam botol plastik. Jaga botol tertutup rapat untuk melindungi larutan dari CO_2 yang ada dalam udara.
 - Bakukan terhadap asam kalium phtalat atau asam benzoat secara asidimetri yang dikeluarkan oleh NBS (*standard sample 84 f and 350*), dengan menggunakan metode uji yang ada dalam sertifikat yang menyertai contoh.
 - Tetapkan normalitas larutan dengan tepat.

- g) Asam sulfat baku ($10,6 \text{ N} \pm 0,1 \text{ N}$)

Ke dalam labu ukur 1 Liter yang didinginkan dalam air, tambahkan kurang lebih 600 mL air, kemudian tambahkan 300 mL H_2SO_4 (b.j 1,840) dengan perlahan-lahan dan hati-hati. Setelah pendinginan hingga suhu ruang, encerkan hingga 1 Liter dengan air.

Bakukan terhadap larutan NaOH baku 7.1.3.5.3 butir f) gunakan phenolphthalein sebagai indikator.

Tetapkan normalitas dan atur sampai $10,6 \text{ N} \pm 0,1 \text{ N}$ dengan pengenceran air.

Bakukan kembali untuk meyakinkan bahwa normalitas yang tepat telah tercapai.

7.1.3.5.4 Prosedur

- a) Siapkan sederetan larutan fosfat dari (0 -0,5)% P_2O_5 .

Siapkan masing-masing dengan menambahkan volume yang sesuai larutan baku fosfat B dan 25,0 mL asam klorida 6,5 N pada labu takar 250 mL. Encerkan sampai tanda batas dengan air.

CATATAN– Satu miliLiter larutan baku fosfat B dalam 250 mL larutan setara dengan 0,004% P_2O_5 gram contoh semen. Sederetan larutan pekat (larutan induk) baku fosfat B yang volumenya: 0; 12,5; 25; 50; 74; 100 dan 125 mL setara dengan kadar P_2O_5 dalam contoh semen sebesar 0 ; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; dan 0,50%.

- b) Siapkan blangko dengan menambahkan 25,0 mL HCl baku ke dalam labu takar 250 mL dan encerkan hingga 250 mL dengan air. Lakukan pewarnaan pada deretan larutan fosfat dan blangko sesuai dengan 7.1.3.5.4 butir e) sampai 7.1.3.5.4 butir g) sehingga timbul warna.
- c) Plot nilai absorban (absorban baku dikurangi absorban blangko) yang diperoleh sebagai ordinat dan konsentrasi P_2O_5 sebagai absis. Buat kurva yang menunjukkan hubungan antara absorban terhadap konsentrasi P_2O_5 .
- d) Pindahkan 0,25 gram contoh ke dalam gelas kimia 250 mL dan basahi dengan 10 mL air dingin untuk mencegah penggumpalan. Tambahkan 25,0 mL HCL baku dan digest dengan bantuan pemanasan sedang dan diaduk hingga larutan sempurna. Saring ke dalam labu takar 250 mL dan cuci kertas saring serta endapan silika yang terpisah dengan air panas. Biarkan larutan dingin dan encerkan dengan air hingga 250 mL.

- e) Pindahkan 50,0 mL aliquot dari contoh ke dalam gelas kimia 250 mL, tambahkan 5,0 mL larutan ammonium molibdat dan 0,1 gram serbuk asam askorbat. Aduk isi gelas kimia dengan cara digoyangkan hingga asam askorbat larut sempurna. Panaskan larutan sampai mendidih, angkat penutup dan teruskan pendidihan selama $(1,5 \pm 0,5)$ menit. Dinginkan hingga suhu ruang dan pindahkan ke dalam labu takar 50 mL. Bilas gelas kimia dengan sedikit air dan tambahkan air bilasan ke dalam labu takar. Encerkan hingga 50 mL dengan air.
- f) Lakukan pengukuran blangko pada panjang gelombang 725,0 nm.
- g) Siapkan 50,0 mL *aliquot* larutan blangko yang disiapkan seperti pada larutan contoh. Ukur absorban sesuai dengan 7.1.3.5.4 butir f) dan kurangi nilai absorban yang didapat untuk larutan contoh pada 7.1.3.5.4 butir e). Agar diperoleh absorban akhir dari larutan contoh.
- h) Dengan menggunakan nilai absorban murni yang diperoleh, rekam persentase P_2O_5 dalam contoh semen seperti ditunjukkan pada kurva kalibrasi. Laporkan % P_2O_5 dengan ketelitian 0,01.

7.1.3.6 Titanium dioksida (TiO_2)

7.1.3.6.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode uji ini titanium dioksida (TiO_2) dalam semen portland ditetapkan secara kolorimetri menggunakan pereaksi tiron. Dalam kondisi pengujian ini, hanya besi yang merupakan unsur dalam semen portland yang menyebabkan gangguan sangat kecil, setara dengan 0,01% untuk tiap 1% Fe_2O_3 .

7.1.3.6.2 Peralatan

Spektrofotometer, instrumen harus dilengkapi untuk mengukur absorbansi larutan pada panjang gelombang 410 nm. Pengukuran panjang gelombang harus dapat diulangi jika didapat ± 1 nm. Pada daerah absorban dari 0,1 – 1,0, pengukuran absorban harus dapat diulang dalam toleransi $\pm 1\%$ atau lebih kecil.

7.1.3.6.3 Pereaksi

- a) Buffer pH 4,7
68 g $NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$ ditambah 380 mL air dan 100 mL CH_3COOH 5 N
- b) Garam dinatrium etilendinitrilo tetra asetat dihidrat (EDTA 0,2 M)
 - Larutkan 37,5 gram EDTA dalam 350 mL air hangat dan saring
 - Tambahkan 0,25 gram $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ dan encerkan hingga 500 mL.
- c) Asam klorida (1+6)
- d) Asam klorida baku (6,5 N)
Encerkan 540 mL HCl (b.j 1,19) hingga 1 Liter dengan air.
- e) Ammonium hidroksida (NH_4OH)(1+1)
- f) Kalium piro sulfat

- g) Titanium dioksida, larutan induk A
- Lebur perlahan-lahan 0,031 4 gram TiO_2 99,74% (NBS SRM 154b) dalam krusibel di atas nyala yang kecil atau senyawa titan lain sebagai pengganti dan tambahkan kira-kira 2 gram atau 3 gram $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$.
 - Diamkan sampai dingin, dan krusibel di dalam gelas kimia yang berisi 125 mL H_2SO_4 (1+1).
 - Panaskan dan aduk hingga lelehan larut sempurna.
 - Dinginkan, pindahkan ke dalam labu takar 250 mL, dan encerkan larutan hingga tanda batas.
- h) Titanium dioksida, larutan baku encer B (1 mL = 0,012 5 mg TiO_2)
- Pipet 50 mL larutan induk A TiO_2 ke dalam 500 mL labu takar 500 mL, dan encerkan hingga tanda batas. Satu mL larutan ini sama dengan 0,0125 mg TiO_2 yang setara dengan 0,05% TiO_2 jika digunakan prosedur pada 7.1.3.6.4 butir e) sampai dengan 7.1.3.6.4 butir f).
- i) Asam sulfat (1+1)
- j) Tiron (dinatrium-1,2-dihidroksidabenzen-3,5 disulfonat)

7.1.3.6.4 Prosedur

- a) Siapkan sederetan larutan baku encer B TiO_2 meliputi konsentrasi dari 0%–1,0% TiO_2 . Siapkan masing-masing larutan dalam labu takar 50 mL.

CATATAN Satu mL larutan baku encer B TiO_2 dalam 50 mL yang setara dengan 0,05% TiO_2 untuk 0,250 0 gram contoh semen. Larutan 0, 5, 10, 15 dan 20 mL larutan baku TiO_2 setara dengan kandungan TiO_2 dalam contoh 0; 0,25; 0,50; 0,75; dan 1%. Encerkan masing-masing hingga 25 mL dengan air.

- b) Tambahkan pereaksi kimia sesuai dengan prosedur pada 7.1.3.6.4 butir e) hingga timbul warna.
- c) Ukur absorban sesuai dengan 7.1.3.6.4 butir f).
- d) Plot nilai absorban sebagai ordinat dan konsentrasi TiO_2 sebagai absis. Buat kurva yang menunjukkan hubungan antara absorban terhadap konsentrasi.
- e) Pindahkan 25,0 mL aliquot dari contoh yang sudah disiapkan pada 7.1.3.5.4 butir d) (lihat penentuan P_2O_5) ke dalam labu takar 50 mL. Tambahkan 5 mL tiron dan 5 mL EDTA, aduk dan kemudian tambahkan tetes demi tetes NH_4OH (1+1).

Pengadukan dilakukan dengan cermat setelah tiap-tiap tetesan sampai terjadi perubahan warna dari kuning ke hijau, biru, atau merah delima. Kemudian kembalikan menjadi warna kuning dengan menambahkan tetes demi tetes HCl (1+6) dan aduk setelah masing-masing tetesan.

Tambah 5 mL buffer, encerkan hingga tanda batas dan kocok.

- f) Ukur absorban larutan blanko pada panjang gelombang 410 nm.
- g) Dengan menggunakan harga absorban yang ditetapkan pada 7.1.3.6.4 butir f), rekam kadar TiO_2 contoh semen seperti ditunjukkan dalam kurva kalibrasi dengan ketelitian 0,01.

Koreksi adanya besi dalam contoh untuk menentukan TiO_2 sebenarnya dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{TiO}_2 \text{ sebenarnya} = \% \text{ TiO}_2 \text{ pengukuran} - (0,01 \times \% \text{ Fe}_2\text{O}_3).$$

Laporkan % TiO_2 dengan ketelitian 0,01.

7.1.3.7 Seng oksida

Setiap metode uji dapat digunakan dalam pengujian seng oksida, dengan syarat mampu memenuhi sesuai persyaratan yang tertera pada tabel perbedaan hasil uji yang diijinkan (Tabel 6).

7.1.3.8 Aluminium oksida

Perhitungan:

Hitung persentase Al_2O_3 dengan mengurangi jumlah Fe_2O_3 , TiO_2 dan P_2O_5 dari persentase golongan ammonium hidroksida. Semua penetapan harus dengan metode *referee* seperti yang dijelaskan pada butir-butir yang bersangkutan. Semua persentase harus dihitung dengan ketelitian 0,01%. Laporkan Al_2O_3 dengan ketelitian 0,1% untuk analisis non *referee*, persentase Fe_2O_3 , TiO_2 dan P_2O_5 dapat ditetapkan dengan beberapa prosedur yang kualifikasinya telah ditunjukkan.

7.1.3.9 Kalsium oksida (CaO)

7.1.3.9.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode uji ini, mangan dihilangkan dari filtrat setelah penetapan SiO_2 dan golongan ammonium hidroksida. Kemudian kalsium oksida diendapkan sebagai oksalat. Setelah penyaringan, oksalat dilarutkan kembali dan titrasi dengan kalium permanganat (KMnO_4).

CATATAN Untuk cara uji *referee* atau untuk penetapan dengan ketepatan tinggi, pemisahan mangan sesuai 7.1.3.9.3 butir b). Untuk penetapan dengan ketelitian rendah, dan apabila hanya jumlah mangan oksida yang tidak berarti maka pada 7.1.3.9.3 butir b) mungkin diabaikan.

Stronsium biasanya terdapat dalam semen portland sebagai unsur minor, dan diendapkan bersama-sama dengan kalsium sebagai oksalat kemudian dititrasi dan dihitung sebagai CaO.

Jika kadar SrO diketahui dan koreksi CaO terhadap SrO diinginkan, sebagai contoh, untuk tujuan penelitian atau untuk membandingkan hasil-hasil dengan nilai sertifikasi SRM, CaO yang ditentukan dengan metode ini boleh dikoreksi terhadap SrO.

Dalam penetapan untuk memenuhi spesifikasi semen, koreksi CaO terhadap SrO tidak harus dilakukan.

7.1.3.9.2 Pereaksi

- a) Larutan amonium asetat (50 gram/L)
- b) Larutan baku kalium permanganat (0,18 N).
 - siapkan larutan kalium permanganat (KMnO_4) yang mengandung 5,69 gram/L.
 - Biarkan larutan ini pada suhu ruang sekurang-kurangnya selama satu minggu, atau dididihkan dan dinginkan hingga suhu ruang.
 - Pindahkan larutan jernih tanpa mengganggu sedimen pada dasar botol; kemudian saring larutan yang telah dipisahkan tadi melalui corong yang diberi alas gelas wool atau melalui penyaring gelas.
 - Jangan menyaring melalui bahan yang mengandung zat organik.
 - Simpan dalam botol berwarna gelap, lebih baik botol yang telah dicat hitam pada bagian luarnya.

- Bakukan terhadap (0,700 0 - 0,800 0) gram baku primer natrium oksalat, sesuai dengan petunjuk pembakuan natrium oksalat, dan rekam suhu pada saat pembakuan dikerjakan (lihat CATATAN).
- Hitung kesetaraan CaO dari larutan sebagai berikut:
1 mL larutan KMnO_4 1N setara dengan 0,067 01 gram natrium oksalat murni.

$$\text{Normalitas } \text{KMnO}_4 = \frac{\text{Berat Na oksalat} \times \text{fraksi kemurnian}}{\text{mL larutan } \text{KMnO}_4 \times 0,067\ 01}$$

1 mL larutan KMnO_4 1N setara dengan 0,028 04 gram CaO.

$$F = \frac{\text{Normalitas larutan } \text{KMnO}_4 \times 0,028\ 04 \times 100}{0,5}$$

Keterangan:

F adalah kesetaraan CaO terhadap larutan KMnO_4 dalam % CaO/mL didasarkan pada 0,5 gram contoh semen.

CATATAN Karena larutan KMnO_4 tidak stabil, maka larutan ini dibakukan ulang paling tidak dua bulan sekali.

7.1.3.9.3 Prosedur

- Asamkan filtrat gabungan yang ditetapkan pada pengendapan kelompok ammonium hidroksida 7.1.3.3.3 butir b).
Netralkan dengan HCl sampai dicapai warna titik akhir metil merah, tambahkan HCl berlebih 6 tetes supaya benar-benar asam.
- Pemisahan mangan
 - Uapkan sampai volume ± 100 mL.
 - Tambahkan 40 mL air brom jenuh ke dalam larutan panas dan tambahkan segera NH_4OH hingga larutan bersifat alkali.
 - Penambahan 10 mL NH_4OH umumnya sudah cukup.
 - Selempar kertas saring kira-kira luas 1 cm^2 , letakkan ke dalam gelas kimia dan tekan-tekan ke bawah dengan bantuan ujung batang pengaduk untuk mencegah *bumping* dan pengendapan lebih awal dari mangan oksida hidrat (MnO).
 - Didihkan larutan selama 5 menit atau lebih, pastikan larutan benar-benar alkali setiap saat.
 - Biarkan endapan turun, saring menggunakan kertas saring berpori medium, dan cuci dengan air panas.
 - Jika endapan tidak segera nampak, biarkan waktu pengendapan hingga satu jam sebelum penyaring.
 - Pisahkan setiap mangan dioksida yang telah mengendap. Asamkan filtrat dengan HCl menggunakan kertas lakmus sebagai indikator dan didihkan sampai bromine menguap (CATATAN 1).

CATATAN 1 Kertas kanji kalium iodida dapat digunakan untuk menunjukkan kesempurnaan penguapan dari brom yang berlebih. Kenakan kertas lembab pada uap larutan yang mendidih. Kertas tidak boleh berubah warna, dan jika kertas berubah menjadi biru berarti brom masih ada.

- c) Tambahkan 5 mL HCl, encerkan hingga 200 mL dan tambahkan beberapa tetes indikator metil merah dan 30 mL larutan ammonium oksalat hangat (50 gram/L) (CATATAN 2). Panaskan larutan hingga (70-80) °C dan tambahkan NH₄OH (1+1) tetes demi tetes, sambil diaduk hingga terjadi perubahan warna dari merah ke kuning (CATATAN 3). Biarkan larutan tanpa pemanasan lebih lanjut selama (60 ± 5) menit (jangan lebih), dengan sekali-kali diaduk selama 30 menit pertama.

CATATAN 2 Jika larutan ammonium oksalat tidak jernih, larutan ini harus disaring sebelum digunakan.

CATATAN 3 Penetrasi ini harus dilakukan perlahan-lahan, jika tidak, endapan kalsium oksalat cenderung lolos melalui kertas saring. Apabila sejumlah penentuan ini dibuat secara serentak teknik berikut ini dapat membantu untuk memastikan netralisasi secara perlahan-lahan. Tambahkan 2 atau 3 tetes NH₄OH ke dalam gelas kimia pertama sambil diaduk, kemudian 2 atau 3 tetes ke gelas kimia kedua, dan seterusnya, kembali ke gelas kimia pertama dengan penambahan 2 atau 3 tetes lagi hingga warna indikator dalam masing-masing gelas kimia berubah.

- d) Saring mempergunakan kertas saring halus, dan cuci endapan 8 hingga 10 kali dengan air panas, jumlah total air yang digunakan dalam pembilasan gelas kimia dan pencucian tidak boleh lebih dari 75 mL. Selama pencucian ini air dari botol pencuci harus langsung mengarah bagian dalam kertas saring, hingga endapan turun, kemudian semprot dengan air perlahan-lahan langsung ke arah tengah kertas saring supaya endapan teraduk dan tercuci sempurna. Asamkan filtrat dengan HCl dan simpan untuk penetapan MgO.
- e) Letakkan gelas kimia di bawah corong yang berisi endapan, tusuk puncak kerucut kertas saring dengan batang pengaduk, letakkan batang pengaduk dalam gelas kimia, dan cuci endapan ke dalam gelas kimia dan cuci endapan ke dalam gelas kimia dengan menggunakan air panas. Teteskan ±10 tetes H₂SO₄ (1+1) mengelilingi tepi bagian atas dari kertas saring. Cuci kertas saring 5 kali dengan air panas.

Encerkan hingga 200 mL, dan tambahkan 10 mL H₂SO₄ (1+1). Panaskan larutan pada suhu mendekati titik didih, dan segera titrasi dengan larutan KMnO₄ 0,18 N (CATATAN 4).

CATATAN 4 Karena larutan KMnO₄ tidak stabil, maka larutan ini dibakukan ulang paling tidak dua bulan sekali.

Lanjutkan titrasi pelan-pelan hingga tepat warna merah muda yang bertahan sekurang-kurangnya 10 detik.

Tambahkan kertas saring yang berisi endapan dan merendamnya. Jika warna merah muda tidak tampak, lanjutkan titrasi hingga warna tersebut tidak kurang-kurangnya selama 10 detik.

CATATAN 5 Suhu dari larutan KMnO₄ 0,18 N sebagai penetrasinya tidak boleh bervariasi dari suhu pembakuan lebih dari 5,5 °C. Penyimpangan yang lebih besar dapat menyebabkan kesalahan yang serius dalam penetapan CaO.

7.1.3.9.4 Blangko

Buat penetapan blangko dengan prosedur yang sama dan mempergunakan sejumlah pereaksi yang sama dan rekam miliLiter KMnO₄ yang diperlukan untuk penentuan titik akhir.

CATATAN Bila jumlah kalsium oksalat sangat sedikit, oksidasi oleh KMnO₄ berjalan lambat. Sebelum titrasi tambahkan sedikit MnSO₄ ke dalam larutan sebagai katalis.

7.1.3.9.5 Perhitungan

Hitung persentase CaO dengan dengan ketelitian 0,1 sebagai berikut:

$$\% \text{CaO} = E (V-B)$$

Keterangan:

E adalah kesetaraan CaO terhadap larutan KMnO_4 dalam % CaO/mL didasarkan pada 0,5 gram contoh;

V adalah larutan KMnO_4 yang diperlukan oleh contoh, mL;

B adalah larutan KMnO_4 yang diperlukan oleh blangko, mL.

Jika diperlukan, koreksi persentase CaO terhadap SrO sebagai berikut:

$$\% \text{CaO}_c = \% \text{CaO}_i - 0,54 \% \text{SrO}$$

Keterangan:

CaO_c = CaO terkoreksi;

CaO_i = CaO yang diperoleh dari 7.1.3.9.5

0,54 = rasio berat molekul CaO terhadap SrO $\left(\frac{56,08}{103,62} \right)$

7.1.3.10 Magnesium oksida (MgO)

7.1.3.10.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode uji ini, magnesium diendapkan sebagai magnesium ammonium fosfat dari filtrat setelah dipisahkan kalsiumnya. Endapan dipijarkan dan ditimbang sebagai ammonium pirofosfat ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$). Kesetaraan MgO kemudian dihitung.

7.1.3.10.2 Pereaksi

Ammonium fosfat berbasa dua (100 gram/L) $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$.

7.1.3.10.3 Prosedur

- Asamkan filtrat dari penentuan CaO 7.1.3.9.3 butir d) dengan HCl dan uapkan dengan pendidihan hingga kurang lebih 250 mL.
- Dinginkan larutan hingga suhu ruang, tambahkan 10 mL ammonium fosfat $((\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4)$ berbasa dua (100 g/L) dan 30 mL NH_4OH .
- Aduk larutan dengan kuat selama penambahan NH_4OH dan kemudian perpanjang waktu pengadukan 10 menit -15 menit.
- Biarkan larutan sekurang-kurangnya selama 8 jam pada suhu udara.
- Cuci residu 5 atau 6 kali dengan NH_4OH (1+20) dan pijarkan dalam krusibel atau cawan porselin yang telah diketahui beratnya, mula-mula dipanaskan perlahan-lahan hingga kertas saring saring menjadi arang dan kemudian bakar, dan akhirnya pijarkan pada 1 100 °C selama 30 menit – 45 menit.

CATATAN Pekerjaan harus dilakukan secara hati-hati selama pemijaran ini. Endapan fosfat dapat tereduksi jika kontak dengan karbon pada suhu tinggi. Ada kemungkinan berbahaya terperangkapnya karbon oleh endapan pada proses pemijaran yang terlampau cepat.

- Timbang residu sebagai magnesium pirofosfat ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$).

7.1.3.10.4 Blangko

Buat penetapan blangko dengan prosedur yang sama dan mempergunakan sejumlah pereaksi yang sama, dan koreksi hasil yang didapat dalam analisis.

7.1.3.10.5 Perhitungan

Hitung persentase MgO dengan ketelitian 0,1 sebagai berikut:

$$\% \text{ MgO} = W \times 72,4$$

Keterangan:

W adalah gram $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$;

72,4 adalah perbandingan molekul 2 MgO terhadap $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (0,362) dibagi berat contoh yang digunakan (0,5 gram) dikalikan 100.

CATATAN Pekerjaan harus dilakukan secara hati-hati selama pemijaran ini. Endapan fosfat dapat tereduksi jika kontak dengan karbon pada suhu tinggi. Ada kemungkinan berbahaya terperangkapnya karbon oleh endapan pada proses pemijaran yang terlampau cepat.

7.1.3.11 Sulfur

7.1.3.11.1 Sulfur trioksida

7.1.3.11.1.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode uji ini sulfat diendapkan dari larutan asam dari semen dengan barium klorida (BaCl_2).

Endapan dipijarkan dan ditimbang sebagai barium sulfat (BaSO_4) dan dihitung kesetaraan SO_3 .

7.1.3.11.1.2 Prosedur

- Pada 1 gram contoh, tambahkan 25 mL air dingin, sambil dicampurkan aduk kuat-kuat dan tambah 5 mL HCl.

CATATAN 1 Filtrat asam yang dihasilkan dalam penetapan dari residu tak larut 7.1.3.1.3 dapat digunakan untuk penetapan SO_3 kecuali menggunakan contoh yang lain.

- Jika perlu panaskan larutan dan hancurkan contoh dengan ujung batang pengaduk gelas berujung rata hingga semen terurai sempurna.

CATATAN 2 Residu berwarna coklat dari komponen mangan dapat diabaikan.

- Encerkan larutan hingga 50 mL dan *digest* selama 15 menit pada suhu hampir mendidih. Saring melalui kertas saring berpori medium dan cuci residu dengan air panas.
- Encerkan filtrat hingga 250 mL dan panaskan hingga mendidih.
- Tambahkan perlahan-lahan tetes demi tetes 10 mL BaCl_2 panas (100 gram/L) dan lanjutkan pendidihan hingga endapan terbentuk sempurna. *Digest* larutan selama (12-24) jam pada suhu hampir mendidih.

CATATAN 3 Apabila penentuan cara cepat diinginkan, waktu *digest* dapat dipercepat menjadi paling cepat 3 jam. Meskipun demikian semen dapat ditolak karena memenuhi persyaratan spesifikasi, hanya berdasarkan hasil yang diperoleh bila menggunakan waktu *digest* (12-24) jam.

- f) Jaga volume larutan antara (225-260) mL dan tambahkan air jika perlu. Saring melalui kertas saring berpori halus, cuci endapan dengan air panas, letakkan kertas saring dan isinya dalam krusibel yang telah ditimbang. Pijarkan pada suhu (800-900) °C, dinginkan dalam desikator dan timbang.

CATATAN 4 Bila digunakan metode uji dengan instrumen untuk sulfur atau bila membandingkan hasil analisis basah dan metode uji instrumen kurang dari 0,05%.

7.1.3.11.1.3 Blangko

Buat penetapan blangko dengan prosedur yang sama dan gunakan sejumlah pereaksi yang sama, dan koreksi hasil yang didapat dalam analisis.

7.1.3.11.1.4 Perhitungan

Hitung persentasi SO_3 dengan ketelitian 0,01 sebagai berikut:

$$\% \text{SO}_3 = W \times 34,3$$

Keterangan:

W adalah gram BaSO_4 terhadap contoh;

34,3 adalah perbandingan molekul SO_3 terhadap BaSO_4 (0,343) dikalikan 100.

7.1.3.11.2 Sulfida

7.1.3.11.2.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode uji ini, sulfida sulfur ditetapkan dengan merubah secara perlahan-lahan sebagai hidrogen sulfida (H_2S) dari larutan asam dari semen dalam larutan seng sulfat amoniakal (ZnSO_4) atau cadmium klorida amoniakal (CdCl_2).

Sulfida sulfur dititrasi dengan larutan baku kalium iodat (KIO_3). Sulfit, tiosulfat dan senyawa antara lainnya sulfida dan sulfat dianggap tidak ada.

Jika senyawa tersebut terdapat, dapat menyebabkan kesalahan dalam penetapan.

7.1.3.11.2.2 Peralatan

Labu pembangkit gas.

Hubungkan labu didih kering 500 mL dengan corong pemisah bertangkai panjang melalui tutup *bulb* karet. Tangkai corong pemisah yang bengkok diatur sehingga tidak mengganggu *bulb* penghubung, ujung tangkai corong pemisah dicelupkan sampai ke dasar labu didih, hubungkan corong pemisah dengan kompresor udara.

Hubungkan *bulb* dengan pipa gelas bentuk L dan pipa gelas lurus yang panjangnya 200 mm.

Masukkan gelas lurus tersebut ke dalam gelas kimia tinggi 400 mL. Labu destilasi berleher tiga dengan tabung gas panjang diletakkan diantara kompresor dan corong pemisah dan menjadi alat bantu yang tepat dalam mengatur aliran udara.

Karet yang digunakan dalam peralatan ini harus mempunyai tingkat kemurnian tinggi, dengan kadar sulfur rendah dan harus dicuci dengan HCl hangat.

7.1.3.11.2.3 Pereaksi

a) Larutan kadmium klorida amoniakal

Larutkan 15 g kadmium klorida ($\text{CdCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dalam 150 mL air dan 350 mL NH_4OH .

b) Larutan seng sulfat amoniakal

Larutkan 50 gram seng sulfat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dalam 150 mL air dan 350 mL NH_4OH . Saring larutan setelah dibiarkan sekurang-kurangnya 24 jam.

c) Larutan baku kalium iodat (0,03 N)

- Siapkan larutan kalium iodat (KIO_3) dan Kalium iodida (KI) sebagai berikut:
- Panaskan KIO_3 pada suhu 180°C hingga berat konstan. Timbang 1,070 1 gram KIO_3 dan 12 gram KI.
- Larutkan dan encerkan hingga 1 Liter dalam labu takar.
- Larutan baku primer ini tidak perlu dibakukan.
- Satu miliLiter larutan ini setara dengan 0,000 480 9 gram sulfur.

CATATAN Larutan ini sangat stabil, tetapi harus dibakukan kembali setiap akan dipakai. Larutan yang berumur satu tahun harus dibuang atau konsentrasinya dibakukan kembali.

d) Larutan timah(II) klorida

Ke dalam labu kecil yang berisi 10 gram timah(II)klorida ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), tambahkan 7 mL HCl (1+1), hangatkan campuran hati-hati hingga garam ini larut, dinginkan larutan, dan tambah 95 mL air.

Larutan ini harus disiapkan pada saat diperlukan, karena garam ini cenderung terhidrolisa.

e) Larutan kanji

Ke dalam 100 mL air mendidih, tambahkan suspensi dingin dari 1 gram larutan kanji dalam 5 mL air dan dinginkan. Tambahkan larutan dingin dari 1gram natrium hidroksida (NaOH) di dalam 10 mL air, kemudian 3 gram kalium iodida (KI), dan aduk kuat-kuat.

7.1.3.11.2.4 Prosedur

- a) Tempatkan 15 mL larutan ZnSO_4 amoniakal atau larutan CdCl_2 amoniakal (CATATAN 2) dan 10 mL air ke dalam labu dan kocok basah dan didispersikan semen hingga sempurna.
- b) Langkah ini dan penambahan SnCl_2 harus dilakukan dengan cepat untuk mencegah terjadinya pengikatan semen.
- c) Hubungkan labu dengan corong dan *bulb*. Tambahkan 25 mL larutan SnCl_2 melalui corong dan labu dikocok. Selama pengocokan, jaga corong tertutup dan tabung penyalur berada di dalam larutan ZnSO_4 amoniakal atau CdCl_2 amoniakal.
- d) Hubungkan corong dengan sumber udara bertekanan, buka corong, mulai alirkan udara perlahan-lahan hingga mendidih.
- e) Lanjutkan pendidihan dengan hati-hati selama 5 atau 6 menit.

- f) Hentikan pemanasan dan lanjutkan pengaliran udara selama 3 atau 4 menit.
- g) Lepaskan tabung penyalur dan biarkan dalam larutan untuk digunakan sebagai pengaduk.
- h) Dinginkan larutan hingga suhu (20-30) °C (CATATAN 3), tambahkan 2 mL larutan kanji dan 40 mL HCl (1+1) dan segera titrasi dengan larutan KIO₃ 0,03 N hingga didapat warna biru yang tidak hilang lagi (CATATAN 4).

CATATAN 1 Pada umumnya ZnSO₄ lebih baik dari pada CdCl₂ karena ZnSO₄ mudah larut dalam NH₄OH dari pada CdCl₂. Larutan CdCl₂ dapat digunakan apabila diragukan adanya sulfida sulfur dalam jumlah renik, karena adanya warna kuning dari cadmium sulfida (CdS) dapat mendeteksi jumlah renik tersebut.

CATATAN 2 Jika kandungan sulfur melebihi 0,2 atau 0,25%, harus digunakan contoh yang sedikit sehingga titrasi dengan larutan KIO₃ tidak melebihi 25 mL.

CATATAN 3 Pendinginan sangat penting karena titik akhir berbeda dalam larutan hangat.

CATATAN 4 Larutan ini sangat stabil, tetapi harus dibakukan kembali setiap akan dipakai. Larutan yang berumur satu tahun harus dibuang atau konsentrasinya dibakukan kembali.

CATATAN 5 Jika kandungan sulfur cukup memadai tetapi tidak dapat diperkirakan sebelumnya, hasil yang diperoleh mungkin lebih rendah dari yang seharusnya karena kehilangan H₂S selama titrasi yang lambat. Dalam hal ini penetapan demikian harus diulangi dengan titrasi dilakukan lebih cepat lagi. Lakukan penetapan blangko dengan prosedur yang sama dan menggunakan pereaksi yang sama, rekam volume larutan KIO₃ yang diperlukan untuk menentukan titik akhir seperti yang dijelaskan pada 7.1.3.11.2.4.

7.1.3.11.2.5 Perhitungan

Hitung persentasi sulfida sulfur (lihat 7.1.3.11.2) sebagai berikut:

$$\% \text{ sulfida} = E (V-B) \times 20$$

Keterangan:

- E adalah kesetaraan sulfida terhadap larutan KIO₃;
- V adalah larutan KIO₃ yang diperlukan oleh contoh, mL ;
- B adalah Larutan KIO₃ yang diperlukan oleh blangko, mL
- 20 = 100 dibagi dengan berat contoh yang digunakan (5 gram).

7.1.3.12 Hilang pijar

7.1.3.12.1 Semen portland

7.1.3.12.1.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode uji ini semen dipijarkan dalam tungku pemanas pada suhu yang telah diatur. Bagian yang hilang diasumsikan untuk menunjukkan jumlah air dan CO₂ dalam semen. Prosedur ini tidak sesuai untuk menentukan hilang pijar dari *portland blast-furnace slag cement* dan *slag cement*.

7.1.3.12.1.2 Prosedur

Timbang 1 gram contoh dalam krusibel yang telah diketahui beratnya. Tutup dan pijarkan krusibel beserta isinya hingga berat konstan dalam tungku pemanas pada suhu (950 ± 50) °C. Biarkan paling sedikit 15 menit untuk waktu pemanasan awal dan sekurang-kurangnya 5 menit untuk tiap periode waktu berikutnya.

7.1.3.12.1.3 Perhitungan

Hitung persentase hilang pijar dengan ketelitian 0,1 dengan mengalikan berat yang hilang dalam gram dengan 100.

$$\% \text{ HP} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100$$

Keterangan:

W₁ adalah berat contoh awal;
W₂ adalah berat contoh sisa pijar.

7.1.3.12.2 Semen portland *slag blast-furnace* dan *slag* semen

7.1.3.12.2.1 Ringkasan metode uji

Metode uji ini memberikan koreksi penambahan berat karena oksidasi terhadap sulfida yang biasanya terjadi dalam semen *portland slag blast-furnace* dan semen *slag* dengan menentukan kenaikan kadar SO₃ selama pemijaran.

7.1.3.12.2.2 Prosedur

- Timbang 1 gram contoh dalam krusibel platina yang telah tetap dan pijarkan dalam tungku dan pijar dalam tungku listrik pada suhu (950 ± 50)°C selama 15 menit. Dinginkan dalam desikator dalam suhu ruang dan timbang. Tanpa harus konstan, hati-hati pindahkan bahan tersebut ke dalam gelas kimia 400 mL. Hancurkan gumpalan-gumpalan dalam semen tersebut dengan batang pengaduk berujung rata.
- Tentukan kandungan SO₃ dengan metode 7.1.3.11.1.1 sampai 7.1.3.11.1.4. Tentukan juga kandungan SO₃ dari semen yang sama belum dipijarkan, dengan prosedur yang sama.

7.1.3.12.2.3 Perhitungan

Hitung persentasi kehilangan berat yang terjadi selama pemanasan dan tambahkan 0,8 x perbedaan persentasi SO₃ dari sampel yang telah dipanaskan dan semen asli. Laporkan persentasi yang telah dikoreksi sebagai kadar hilang pijar.

7.1.3.13 Natrium dan kalium oksida

7.1.3.13.1 Alkali total

7.1.3.13.1.1 Ringkasan metode uji

Metode uji ini meliputi penetapan natrium oksida (Na_2O) dan kalium oksida (K_2O) dengan metode fotometri nyala atau dengan metode spektrofotometri serapan atom.

CATATAN Metode uji ini cocok untuk semen hidrolis yang terurai sempurna oleh HCl dan jangan digunakan untuk penentuan total alkali dalam semen hidrolis yang mengandung bahan tak larut dalam asam yang tinggi, seperti semen pozolan. Tetapi dapat digunakan untuk penentuan alkali yang larut dalam asam saja bagi semen tersebut.

7.1.3.13.1.2 Peralatan

Semua jenis fotometer nyala atau spektrofotometer serapan atom dapat digunakan asalkan tingkat ketelitian dan ketepatannya sesuai dengan spesifikasi.

CATATAN Untuk pengujian rutin di laboratorium, dianjurkan pemeriksaan ketelitian instrument dilakukan secara rutin pula, baik memakai semen standar *NBS (National Bureau of Standards)* atau semen yang diketahui kandungan alkalinya.

7.1.3.13.1.3 Pereaksi dan bahan

a) Wadah laboratorium

Semua wadah harus terbuat dari gelas boron silikat dan wadah polietilen harus memenuhi persyaratan sesuai dengan 7.1.2.1.1 butir (2).

b) Kalsium karbonat

Kalsium karbonat yang digunakan dalam penyiapan larutan baku kalsium klorida tidak boleh mempunyai alkali total sebagai sulfat lebih besar dari 0,020%.

CATATAN Bahan-bahan yang dijual sebagai baku primer atau ACS "alkali rendah" biasanya memenuhi persyaratan ini. Bagaimanapun, pembeli harus yakin bahwa bahan yang digunakan benar-benar sesuai yang disyaratkan.

c) Kalsium klorida (KCl)

d) Natrium klorida (NaCl)

e) Larutan yang di pasaran dapat digunakan sebagai pengganti larutan tersebut di bawah ini.

7.1.3.13.1.4 Penyiapan larutan

a) Larutan induk kalsium klorida

Tambahkan 300 mL air ke dalam 112,5 gram CaCO_3 dalam gelas kimia 1 500 mL. Sambil diaduk, tambahkan perlahan-lahan 500 mL HCl. Dinginkan larutan hingga suhu ruang, saring ke dalam labu takar 1 Liter, encerkan hingga 1 Liter dan kocok sempurna. Larutan induk ini setara dengan 63 000 ppm (6,3%) CaO.

b) Larutan induk natrium-kalium klorida

Larutkan 1,885 8 gram natrium klorida (NaCl) dan 1,583 gram kalium klorida (KCl) dalam air (kedua-duanya dikeringkan pada suhu $(105-110)^\circ\text{C}$ selama beberapa jam sebelum penimbangan). Encerkan hingga 1 Liter dalam labu takar dan kocok sempurna. Larutan induk ini setara dengan 1 000 ppm (0,10%) masing-masing untuk Na_2O dan K_2O . Larutan yang terpisah dari Na_2O dan K_2O dapat digunakan asal larutan yang konsentrasinya sama baik untuk mengkalibrasi maupun analisis semen.

c) Larutan baku

Siapkan larutan baku yang diperlukan untuk metode instrumen yang digunakan. Ukur volume yang diperlukan dari larutan induk NaCl – KCl dengan menggunakan pipet atau pipet yang telah dikalibrasi. Larutan induk kalsium klorida, jika diperlukan, dapat diukur dengan gelas takar yang memadai. Jika instrumen digunakan memerlukan standar dalam, ukur larutan standar dengan pipet atau buret. Tempatkan tiap-tiap larutan dalam labu takar, encerkan hingga tanda batas, dan kocok sempurna.

Jika diperlukan larutan yang lebih encer dalam metode ini, pipet larutan yang sudah diencerkan yang diperlukan ke dalam labu takar yang berukuran tepat, bila diperlukan tambahkan larutan standar dalam, encerkan hingga tanda batas, dan kocok sempurna.

7.1.3.13.1.5 Kalibrasi alat

Sesuai dengan petunjuk operasi pamanufaktur.

7.1.3.13.1.6 Prosedur

(1) Larutan semen

Siapkan larutan semen sesuai dengan prosedur khusus dari pamanufaktur. Jika tidak ada prosedur khusus, atau jika diperlukan, lakukan sesuai dengan langkah-langkah pada 7.1.3.13.1.6 butir (1) a) atau 7.1.3.13.1.6 butir (1) b).

CATATAN Adanya SiO_2 dalam larutan mempengaruhi ketelitian dari sebagian alat fotometer nyala. Dalam hal ini instrumen gagal memberikan hasil dengan tingkat ketelitian yang diinginkan, pengujian harus menggunakan larutan yang dipisahkan SiO_2 nya. Metode pemisahan sesuai dengan metode di bawah ini.

- a) Tempatkan $(1,000 \pm 0,001)$ gram semen ke dalam gelas kimia 150 mL dan dispersikan dengan 20 mL air dengan cara menggoyangkan gelas kimia, sambil digoyang tambahkan 5,0 mL HCl sekaligus. Encerkan segera hingga hingga 50 mL dengan air. Hancurkan gumpalan-gumpalan semen yang tidak terdispersi dengan batang pengaduk ujung rata. Digest pada penangas uap atau pelat panas selama 15 menit, kemudian saring dengan kertas saring berpori medium ke dalam labu takar 100 mL. Cuci gelas kimia dan kertas dengan air panas, dinginkan ini labu takar hingga suhu ruang, encerkan hingga 100 mL, kocok larutan hingga sempurna.

- b) Tempatkan ($1,000 \pm 0,001$) gram semen ke dalam cawan penguap platina dan dispersikan dengan 10 mL air dengan cara menggoyangkan. Sambil digoyang, tambahkan 5,0 mL HCl sekaligus. Hancurkan gumpalan dengan batang pengaduk ujung rata dan panaskan pada penangas uap, hingga kering. Pastikan bahwa gelatin tidak terbentuk lagi. Perlakukan residu dengan 2,5 mL HCl dan kira-kira 20 mL air. *Digest* pada penangas uap selama 5 menit – 10 menit dan segera saring melalui kertas saring berdiameter 9 cm ke dalam labu takar 100 mL. Cuci sempurna dengan pencucian ulang dengan sejumlah air panas hingga volume total larutan menjadi 80 mL – 95 mL. Dinginkan hingga suhu ruang, encerkan hingga tanda batas, dan kocok sempurna. Apabila telah ditemukan bahwa pemisahan SiO_2 diperlukan untuk memperoleh ketelitian yang diinginkan untuk fotometer nyala tertentu, SiO_2 harus selalu dipisahkan apabila analisis akan digunakan sebagai dasar penolakan karena tidak memenuhi persyaratan, atau diragukan memenuhi spesifikasi. Bila memenuhi spesifikasi, analisis dilakukan dengan instrumen ini tanpa pemisahan SiO_2 , asalkan penyimpangan dari harga sertifikat yang diperoleh dari pengujian yang dilakukan, tidak boleh dua kali lebih besar dari batas yang ditunjukkan.
- c) Jika metode uji dalam penggunaannya memerlukan larutan yang lebih encer, standar internal atau kedua-duanya, lakukan pengenceran yang sama seperti pada 7.1.3.13.1.4 butir c). Larutan baku dan larutan contoh yang akan dianalisis harus disiapkan dengan cara yang sama dan pengenceran yang sama sebagaimana larutan baku semen yang dianalisis untuk kualifikasi instrumen.

(2) Prosedur untuk Na_2O (CATATAN 1)

Panaskan dan atur instrumen untuk penetapan Na_2O seperti yang diuraikan pada 7.1.3.13.1.5. Segera lakukan pengaturan instrumen, atomisasikan larutan larutan semen dan rekam pembacaan skala (CATATAN 2). Pilih sejumlah larutan baku yang sebaran kadar Na_2O nya mendekati kadar Na_2O dalam larutan semen dan lakukan pembacaan transmisinya untuk masing-masing larutan.

Nilainya harus sama dengan yang ditetapkan sebelumnya pada waktu kalibrasi peralatan.

Jika tidak, peralatan dikalibrasi ulang untuk unsur tersebut. Akhirnya, carilah larutan yang tidak diketahui hingga pembacaanya berada dalam satu transmisi atau skala meter sesuai dengan larutan baku, atau dalam 0,01 persen berat untuk instrumen yang dilengkapi dengan alat pembacaan digital, dan pembacaan untuk standar dengan cara yang sama sesuai dengan harga kalibrasi. Rekam harga rata-rata dari dua pembacaan akhir yang didapat untuk larutan yang tidak diketahui.

CATATAN 1 Penetapan alkali yang larut dalam air tidak boleh dianggap sebagai pengganti penetapan alkali total sesuai dengan 7.1.3.13.1.2 sampai dengan 7.1.3.13.1.7. Terlebih lagi, pada metode ini tidak diasumsikan bahwa semua alkali yang ada pada semen dapat larut. Prosedur ini sangat penting untuk diikuti dengan seksama karena adanya batasan untuk kadar alkali yang larut dalam air atau apabila untuk membandingkan sejumlah semen dengan sejumlah semen yang didasarkan pada kadar alkali yang larut dalam air.

CATATAN 2 Urutan dalam menentukan Na_2O atau K_2O adalah optimal. Meskipun demikian penetapan harus segera dilakukan setelah alat diatur dan siap dipakai untuk tujuan tersebut. Jika pembacaan melebihi skala maksimum, lakukan salah satu yaitu pindahkan 50 mL larutan yang sudah diencerkan seperti yang dipersiapkan dalam 7.1.3.13.1.6 butir (1) ke dalam gelas kimia 100 mL atau bila diinginkan siapkan larutan baru dengan memakai 0,500 gram semen dan 2,5 mL HCl pada penambahan awal asam. Dalam hal silika telah dipisahkan dari 0,5 gram contoh semen, perlakukan semen yang telah didehidrasi ini dengan 1,25 mL HCl dan kurang lebih 20 mL air, kemudian digest, saring, dan cuci. Untuk kedua hal di atas, tambahkan 5,0 mL larutan induk kalsium klorida sebelum diencerkan hingga tanda batas dengan air. Jika diperlukan pengenceran lebih lanjut seperti yang telah ditentukan pada 7.1.3.13.1.4 butir c) pada metode uji ini. Tetapkan kadar alkali larutan ini sesuai pada 7.1.3.13.1.6 butir (2). dan kalikan dengan faktor 2 untuk menghitung persentase alkali oksida.

(3) Prosedur untuk K_2O

Untuk penentuan K_2O ulangi prosedur seperti yang dijelaskan pada 7.1.3.13.1.6 butir (2). Untuk instrumen yang dapat membaca kedua-duanya Na_2O dan K_2O secara serentak, penetapan K_2O dilakukan pada saat yang sama dengan penetapan Na_2O .

7.1.3.13.1.7 Perhitungan dan laporan

Dari rekaman rata-rata Na_2O dan K_2O pada contoh yang tidak diketahui, laporkan masing-masing oksida dengan ketelitian 0,01%.

7.1.3.13.2 Alkali yang larut dalam air

CATATAN Penetapan alkali yang larut dalam air tidak boleh dianggap sebagai pengganti penetapan alkali total sesuai dengan 7.1.3.13.1.2 sampai dengan 7.1.3.13.1.7. Terlebih lagi, pada metode ini tidak diasumsikan bahwa semua alkali yang ada pada semen dapat larut. Prosedur ini sangat penting untuk diikuti dengan seksama karena adanya batasan untuk kadar alkali yang larut dalam air atau apabila untuk membandingkan sejumlah semen dengan sejumlah semen yang didasarkan pada kadar alkali yang larut dalam air.

7.1.3.13.2.1 Prosedur

- Timbang 25,0 gram contoh masukkan ke dalam labu erlenmeyer 500 mL dan tambahkan 250 mL air. Tutup labu dengan tutup karet dan kocok sempurna selama 10 menit pada suhu ruang. Saring melalui corong *buchner* yang dilengkapi dengan tempat duduk untuk kertas saring kering, ke dalam labu penyaring 500 mL, dengan menggunakan vakum lemah. Jangan dicuci.
- Pindahkan 50 mL larutan yang sudah diencerkan dari filtrat ke dalam labu takar 100 mL dan asamkan dengan 0,5 mL HCl (berat jenis 1,19). Tambahkan 9,0 mL larutan induk $CaCl_2$ (63 000 ppm CaO), seperti diuraikan pada 7.1.3.13.1.4 butir a), pada labu 100 mL, encerkan larutan hingga 100 mL. Jika metode uji ini memerlukan larutan yang lebih encer, standar dalam atau kedua-duanya, lakukan pengenceran yang sama seperti pada 7.1.3.13.1.4 butir c).

CATATAN Larutan yang sudah diencerkan dari filtrat yang diambil untuk analisa harus berdasarkan atas perkiraan kadar alkali yang larut dalam air. Jika perkiraan kadar dari K_2O atau Na_2O lebih dari 0,08% berat semen, atau jika tingkat alkali yang larut dalam air tidak diketahui, 50 mL larutan yang sudah diencerkan yang diberikan dalam 7.1.3.13.2.1 butir .b) tambahkan 1 mL HCl dan uapkan pada pelat panas dalam gelas kimia 250 mL menjadi kurang lebih 70 mL. Tambahkan 8 mL larutan induk $CaCl_2$ dan pindahkan contoh ke dalam labu takar 100 mL, bilas gelas kimia dengan sedikit air suling. Dinginkan larutan hingga suhu ruangan dan encerkan hingga 100 mL.

- Tetapkan kadar Na_2O dan K_2O dari larutan ini seperti yang diuraikan pada 7.1.3.13.1.6 butir (2) dan 7.1.3.13.1.6 butir (3). Rekam ppm masing-masing alkali dalam larutan yang terdapat dalam labu 100 mL.

7.1.3.13.2.2 Perhitungan

Hitung persentase dari alkali total yang larut dalam air, dinyatakan sebagai Na_2O , dengan ketelitian 0,01. Alkali total yang larut dalam air, dinyatakan sebagai berikut:

$$\text{Na}_2\text{O} = A + E$$

$$A = B (V \times 10)$$

$$C = D / (V \times 10)$$

$$E = C \times 0,658$$

Keterangan:

- A adalah kadar natrium oksida larutan dalam air (Na_2O), %;
- V adalah volume filtrat asli dalam labu 100, mL;
- B adalah konsentrasi Na_2O dalam larutan yang terdapat dalam labu 100 mL, ppm;
- C adalah kadar kalium oksida yang larut dalam air (K_2O), %;
- D adalah konsentrasi K_2O dalam larutan yang terdapat dalam labu 100 mL, ppm;
- E adalah kadar Na_2O setara terhadap dalam labu.

7.1.3.14 Mangan oksida

7.1.3.14.1 Ringkasan metode uji

Dalam prosedur uji ini mangan oksida ditetapkan secara volumetrik dengan titrasi larutan natrium arsenit setelah Mangan dalam semen dioksidasi dengan natrium metabismutat (NaBiO_3).

7.1.3.14.2 Pereaksi

- a) Larutan baku Natrium arsenit (1 mL = 0,000 3 gram Mn_2O_3)

Larutkan ke dalam 100 mL air 3,0 gram natrium karbonat (Na_2CO_3) dan kemudian tambahkan 0,90 gram arsen trioksida (As_2O_3) panaskan campuran hingga larut sempurna mungkin. Jika larutan tidak jernih atau mengandung residu, saring larutan. Dinginkan hingga suhu ruang, pindahkan ke dalam labu takar dan encerkan hingga volume 1 Liter.

Larutkan 0,58 gram kalium permanganat (KMnO_4) ke dalam 1 Liter air dan bakukan terhadap 0,03 gram natrium oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) standar oksidimetri yang dikeluarkan oleh *National Bureau of Standard* (Contoh Standar No. 40 atau penggantinya) sesuai dengan ketentuan pada label natrium oksalat.

Tempatkan 30,0 mL larutan KMnO_4 ke dalam labu erlenmeyer 250 mL, kemudian tambahkan 60 mL HNO_3 (1 + 4) dan 10 mL natrium nitrit (NaNO_2 , 50 gram/L).

Didihkan larutan hingga HNO_2 menguap semua. Dinginkan larutan, tambahkan NaBiO_3 dan akhirnya titrasi dengan larutan baku natrium arsenit (NaAsO_2) seperti yang diuraikan pada 7.1.3.14.3 butir b).

Hitung mangan oksida (Mn_2O_3) yang setara dengan larutan NaAsO_2 , dalam gram/mL, sebagai berikut :

$$E = (A \times 7,08) / BC$$

Keterangan:

- E adalah kesetaraan Mn_2O_3 dengan larutan NaAsO_2 , gram/mL;
 A adalah gram $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang digunakan;
 B adalah miliLiter larutan KMnO_4 yang diperlukan oleh $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
 C adalah miliLiter larutan NaAsO_2 yang diperlukan oleh 30,0 mL larutan KMnO_4 ;
 7,08 adalah perbandingan molekul Mn_2O_3 terhadap $5\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (0,236) dikalikan dengan 30,0 mL larutan KMnO_4 .

- b) Natrium metabismutat (NaBiO_3)
 c) Larutan natrium nitrit (NaNO_2 50 gram/L)

7.1.3.14.3 Prosedur

- a) Timbang (1,0-3,0) gram contoh (CATATAN 1) masukkan ke dalam gelas kimia 250 mL dan tambahkan (5-10) mL air, kemudian dengan (60-75) mL HNO_3 (1+4). Didihkan campuran hingga terbentuk larutan sempurna.

Tambahkan 10 mL larutan NaNO_2 (50 gram/L) ke dalam larutan di atas dan didihkan hingga asam nitrous menguap semua (CATATAN 2), hati-hati jangan dibiarkan volume larutan menjadi sedikit sehingga menyebabkan mengendapnya SiO_2 yang berbentuk gelatin. Jika ada sebagian dari SiO_2 yang terpisah, mungkin dapat diabaikan, tetapi jika terdapat residu berwarna merah atau coklat, gunakan lebih banyak larutan NaNO_2 (50 gram/L) untuk menyempurnakan penguraian, dan kemudian didihkan kembali untuk menghilangkan asam nitrous. Saring larutan melalui kertas saring berpori medium ke dalam labu erlenmeyer 250 mL dan cuci kertas saring dengan air.

CATATAN 1 Jumlah semen yang dipakai untuk analisa tergantung pada kandungan Mangan, bervariasi mulai dari 1 gram untuk $\pm 1\%$ Mn_2O_3 sampai 3 gram untuk 0,25% Mn_2O_3 atau kurang.

CATATAN 2 Bila NaNO_2 ditambahkan penguapan HNO_2 dengan pendidihan harus sempurna. Jika terdapat mangan dalam semen, jumlah yang sedikit dari NaBiO_3 akan memberikan warna merah lembayung.

- b) Larutan harus mempunyai volume (100-125) mL. Dinginkan hingga suhu ruang.
 Ke dalam larutan tambahkan sedikit demi sedikit NaBiO_3 hingga jumlah seluruhnya 0,5 gram, sambil sekali-kali dikocok.
 Setelah penambahan selesai, kocok larutan sekali-kali selama 5 menit dan kemudian tambahkan 50 mL HNO_3 (1 \pm 33) dingin yang telah didihkan sebelumnya untuk menghilangkan asam nitrous.
 Saring larutan melalui cawan Gooch yang telah dilapisi asbes atau karbon atau saringan gelas dengan bantuan pengisap. Cuci residu 4 kali dengan HNO_3 (1 + 33) dingin.
 Segera titrasi filtrat dengan larutan baku NaAsO_2 .
 Titik akhir tercapai bila terbentuk warna kuning yang bebas dari warna coklat atau warna merah lembayung dan tidak berubah dengan penambahan larutan NaAsO_2 berlebih.

7.1.3.14.4 Blangko

Buat penetapan blangko, dengan mengikuti prosedur dan jumlah pereaksi yang sama, koreksi hasil yang diperoleh dalam analisis.

7.1.3.14.5 Perhitungan

Hitung persentase Mn_2O_3 dengan ketelitian 0,01 sebagai berikut:

$$\% \text{Mn}_2\text{O}_3 = (\text{EV/S}) \times 100$$

Keterangan:

- E adalah kesetaraan Mn_2O_3 terhadap larutan NaAsO_2 gram/mL;
- V adalah milimeter larutan NaAsO_2 yang diperlukan contoh;
- S adalah gram contoh yang digunakan.

7.1.3.15 Klorida

7.1.3.15.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode uji ini kadar klorida total dalam semen portland ditetapkan dengan cara titrasi potensiometri dengan perak nitrat. Prosedur ini juga dapat digunakan untuk beton yang telah mengeras, terak, dan *raw mix* semen portland. Pada kondisi pengujian ini, tidak terdapat unsur-unsur yang mengganggu.

CATATAN Garam-garam berbentuk perak yang tak larut atau kompleks perak yang stabil dalam larutan asam akan mengganggu pengukuran secara potensiometri, adanya iodida dan bromida dapat mengganggu sedangkan fluorida tidak, garam-garam sulfida pada tingkat konsentrasi yang biasa terdapat dalam bahan tersebut tidak akan mengganggu karena akan terurai dengan perlakuan asam.

7.1.3.15.2 Peralatan

- a) Elektroda Ion selektif/klorida, elektroda ion selektif perak/sulfida, atau batang elektroda dilapisi dengan perak klorida, dengan memakai elektroda pembanding yang sesuai.

CATATAN Elektroda yang cocok dapat diperoleh dari *orion beckman instrument*, *Leeds* dan *Northup*. Setelah mempelajari petunjuk dengan cermat dari pamanufaktur isikanlah larutan pengisi elektroda. Batang elektroda perak harus dilapisi secara elektrolitik dengan lapisan tipis AgCl . Untuk melapisi elektroda, celupkan batang elektroda perak bersih ke dalam larutan jenuh kalium klorida (± 40 gram/L) dalam air dan alirkan arus listrik dari sel kering melalui elektroda bertegangan 1,5 V–6 V. Batang karbon dari sel kering atau elektroda lain yang sesuai dihubungkan ke ujung kutub negatif dan celupkan dalam larutan supaya rangkaian listrik sempurna. Apabila lapisan elektroda perak klorida aus, perbaharui kembali elektroda dengan mengulangi prosedur di atas. Semua perak klorida lama harus dipisahkan dari batang elektroda perak dengan menggosok perlahan-lahan menggunakan kertas amplas halus yang diikuti pembilasan batang elektroda dengan air.

- b) Potensiometer dengan skala millivolt yang dapat dibaca sampai dengan 1 mV atau lebih teliti potensiometer yang dilengkapi dengan peralatan pembacaan digital, tetapi tidak diharuskan.
- c) Buret kelas A, kapasitas 10 mL dengan pembagian skala 0,05 mL. Buret jenis potensiometri, dilengkapi dengan alat pengatur tetes, lebih baik, tetapi tidak diharuskan.

7.1.3.15.3 Pereaksi

- a) Natrium klorida (NaCl), *grade* baku primer. (cek penomoran (angka) dulu apa huruf dulu)
- b) Perak nitrat (AgNO₃), *grade* pereaksi.
- c) Kalium klorida (KCl), *grade* pereaksi (yang diperlukan khusus untuk batang elektroda perak).
- d) Penyiapan larutan

(1) Larutan baku natrium klorida (NaCl 0,05 N)

- Keringkan natrium klorida (NaCl) pada suhu 105 °C -110°C sampai berat tetap.
- Timbang 2,922 2 gram NaCl kering.
- Larutkan dalam air dan encerkan hingga tepat 1 Liter dalam labu takar dan kocok sempurna. Larutan ini adalah baku dan tidak perlu dibakukan lebih lanjut.

(2) Larutan baku perak nitrat (AgNO₃ 0,05 N)

- Larutkan 8,493 8 gram perak nitrat (AgNO₃) dalam air.
- Encerkan hingga 1 Liter dalam labu takar dan kocok sempurna.
- Bakukan terhadap 5,00 mL larutan baku Natrium klorida 0,05 N yang telah diencerkan hingga 150 mL dengan air dilanjutkan dengan metode uji titrasi yang diberikan pada 7.1.3.15.4 butir d) dimulai dengan kalimat "Tempatkan gelas kimia di atas pengaduk magnetik dst".
- Normalitas yang tepat harus dihitung dari rata-rata tiga penetapan sebagai berikut:

$$N = \frac{0,25}{V}$$

Keterangan:

N adalah normalitas larutan AgNO₃;
 0,25 adalah mili ekivalen NaCl (5,0 mL x 0,05 N);
 V adalah volume larutan AgNO₃, mL.

Larutan baku yang ada di pasaran mungkin dapat digunakan asalkan normalitasnya diperiksa sesuai dengan prosedur pembakuan.

(3) Indikator metil jingga

Siapkan larutan yang mengandung 2 gram metil jingga dalam 1 Liter etil alkohol 95%.

7.1.3.15.4 Prosedur

- a) Timbang 5,0 gram semen atau 10,0 gram contoh beton ke dalam gelas kimia 250 mL (CATATAN 1).

Dispersikan contoh dengan 75 mL air. Tanpa ditunda tambahkan perlahan-lahan 25 mL HNO_3 (1 + 1), hancurkan gumpalan-gumpalan dengan batang pengaduk. Jika tercium batu hidrogen sulfida terlalu kuat, tambahkan 3 mL hidrogen peroksida 30% (CATATAN 2). Tambahkan 3 tetes indikator metil jingga dan aduk. Tutup gelas kimia dengan gelas arloji dan biarkan selama (1-2) menit. Jika warna kuning sampai kuning jingga tampak pada bagian atas dari endapan, larutan tidak cukup asam.

Tambahkan HNO_3 encer (1+1) tetes demi tetes sambil diaduk sehingga warna merah muda atau warna merah tidak hilang, kemudian tambahkan 10 tetes berlebihan. Panaskan gelas kimia tertutup dengan cepat sampai mendidih. Jangan biarkan mendidih lebih dari beberapa detik.

Pindahkan dari pelat panas (CATATAN 3).

CATATAN 1 Gunakan 5 gram untuk contoh semen, dan 10 gram untuk contoh beton dan bahan-bahan lain yang mempunyai kadar klorida lebih kecil dari 0,15% Cl. Untuk bahan-bahan yang kadar kloridanya lebih tinggi, jumlah contoh dikurangi secara proporsional. Bahan-bahan serbuk tidak perlu digiling. Contoh yang kasar harus digiling agar lolos saringan 20 mesh. Jika contoh terlalu halus akan menyebabkan terbentuknya Silika gel yang berlebihan selama *digest* dengan asam nitrat, sehingga penyaringan menjadi lebih lama.

CATATAN 2 *Slag* dan semen *slag* yang mengandung sulfida sulfur tinggi dapat mengganggu penetapan.

CATATAN 3 Sangat penting untuk menjaga gelas kimia agar tertutup selama pemanasan dan pendigestan untuk mencegah hilangnya klorida pada penguapan. Penggunaan asam yang berlebihan harus dihindarkan karena akan mempercepat terlepasnya lapisan perak klorida dari batang elektroda Perak. *Slurry* yang sedikit asam sudah cukup.

- b) Cuci kertas saring berpori kasar berdiameter 9 cm empat kali dengan 35 mL air yang menggunakan alat penghisap dan dilengkapi dengan corong *Buchner* 250 mL atau 500 mL yang terpasang di atas labu hisap. Buang cucian dan bilas labu sekali lagi dengan sedikit air. Pasang kembali peralatan penghisap dan saring larutan contoh. Bilas gelas kimia dan kertas saring dua kali dengan menggunakan sedikit air. Pindahkan filtrat dari labu ke dalam gelas kimia semula dapat dipakai (CATATAN 4).

CATATAN 4 Tidak perlu membersihkan residu *slurry* dari pinggir gelas kimia. Demikian juga dengan semua material halusanya, tidak perlu tersaring semua. Titrasi dapat dilakukan dalam larutan yang mengandung sedikit padatan.

Dinginkan filtrat hingga suhu ruang. Volume tidak boleh melebihi 175 mL.

- c) Untuk instrumen-instrumen yang dilengkapi dengan pembacaan digital perlu untuk menetapkan perkiraan "titik ekuivalen" dengan jalan mencelupkan elektrodanya ke dalam gelas kimia berisi air dan mengatur instrumen sehingga pembacaan kurang lebih 20 mv lebih rendah dari skala tengah. Rekam pembacaan pada millivolt meter. Pindahkan gelas kimia dan seka elektroda dengan kertas isap.

- d) Pada contoh yang telah didinginkan (CATATAN 5) gelas kimia dari 7.1.3.15.4 butir b) pipet hati-hati 2,00 mL larutan baku NaCl 0,05 N. Tempatkan gelas kimia di atas pengaduk magnetik dan masukkan ke dalamnya batang pengaduk magnetik berlapis TFE – fluorocarbon. Celupkan elektroda ke dalam larutan, hati-hati agar pengaduk tidak mengenai elektroda, mulailah pengadukan awal dengan kecepatan rendah. Tempatkan bagian penetes buret 10 mL, yang telah diisi hingga tanda batas dengan larutan baku perak nitrat 0,05 N di atas gelas kimia (CATATAN 6).

CATATAN 5 Dianjurkan untuk mempertahankan suhu tetap selama pengukuran berlangsung karena kelarutan perak klorida bervariasi cukup besar terhadap suhu pada konsentrasi rendah.

CATATAN 6 Jika buret tempat mengeluarkan larutan terdapat tetesan yang menempel, harus dibilas ke dalam gelas kimia dengan menggunakan beberapa miliLiter air setiap kali setelah penambahan peniter.

- e) Titrasi sedikit demi sedikit, rekam jumlah larutan baku nitrat 0,05 N yang diperlukan untuk mendapatkan pembacaan milivoltmeter sampai dengan 60,0 mV dari titik ekuivalen yang ditetapkan dalam air.
- f) Lanjutkan titrasi, setiap kali penambahan volume painter 0,20 mL. Rekam pembacaan buret dan pembacaan milivoltmeter dalam kolom 1 dan 2 pada formulir rekaman pencatatan yang terdiri dari 4 kolom seperti yang ditunjukkan dalam Lampiran A. Tiap kali penambahan painter biarkan elektroda-elektroda mencapai, keseimbangan dengan larutan contoh. Pengalaman menunjukkan bahwa pembacaan yang memadai diperoleh bila pembacaan skala minimum tidak berubah dalam waktu 5 detik (biasanya dalam waktu 2 menit). Semakin dekat ke titik ekuivalen, penambahan larutan AgNO_3 dalam jumlah yang sama akan menyebabkan perubahan yang lebih besar dalam pembacaan milivoltmeter. Melewati titik ekuivalen perubahan akan menurun lagi. Lanjutkan titrasi hingga tiga penambahan lagi setelah titik ekuivalen yang diperkirakan yang telah dicatat.
- g) Hitung selisih pembacaan dalam milivolt dari satu penambahan painter lainnya dan masukkan nilainya dalam kolom 3 pada formulir rekaman.
- h) Hitung selisih harga dalam kolom 3 dari yang satu ke penambahan berikutnya dan masukkan hasilnya dalam kolom 4. Titik ekuivalen titrasi akan berada dalam selang maksimum 4 MV direkam dalam kolom 3. Titik ekuivalen dapat diinterpolasi dari data yang tercantum dalam kolom 4 seperti ditunjukkan dalam Lampiran A.

7.1.3.15.5 Blangko

Buat penetapan blangko dengan menggunakan 75 mL air sebagai pengganti contoh, ikuti prosedur yang sama seperti pada 7.1.3.15.4 butir a) dimulai dengan kalimat "Tanpa ditunda tambahkan perlahan-lahan dst". Koreksi hasil analisis yang diperoleh dengan pengurangan blangko

CATATAN Untuk analisa *non referee*, penetapan blangko boleh tidak dilakukan.

7.1.3.15.6 Perhitungan

Hitung persen klorida dengan ketelitian 0,001% sebagai berikut:

$$\% \text{ Cl} = \frac{3,545 \times (V_1 - V_2) N}{W}$$

Keterangan:

- V_1 adalah miliLiter larutan AgNO_3 0,05 N yang digunakan untuk titrasi contoh (titik ekuivalen);
 V_2 adalah miliLiter larutan AgNO_3 0,05 N yang digunakan untuk titrasi blangko;
 N adalah normalitas yang tepat dari larutan AgNO_3 0,05 N;
 W adalah berat contoh, gram.

7.1.3.16 Senyawa organik yang larut dalam kloroform

7.1.3.16.1 Ringkasan metode uji

Metode uji ini dirancang khusus untuk penetapan resin vinsol dan tallow di dalam semen portland, meskipun terdapat minyak mineral, resin, kalsium stearat, dan senyawa asam lemak lainnya serta beberapa senyawa organik sudah termasuk dalam penetapan ini.

Hati-hati pada pengerjaan seluruh prosedur ini. Metode uji ini dapat digunakan untuk semen-semen selain semen portland.

Meskipun semen tersebut mengandung bagian yang tidak larut cukup tinggi, emulsi akan terpisah perlahan-lahan, dan pengocokan tidak boleh terlampaui kuat sehingga pemakaian kloroform lebih banyak dan pencucian lebih sering.

7.1.3.16.2 Perekasi

a) Kloroform

Jika penetapan blangko seperti diuraikan pada 7.1.3.16.4 melebihi 0,001 5 gram kloroform harus didestilasi sebelum digunakan. Kloroform yang diperoleh kembali mungkin sedikit asam tetapi dapat digunakan kembali pada pengocokan dengan larutan asam dari contoh dalam corong pemisah 1 Liter.

Kloroform yang digunakan untuk mencuci saringan dan pemisah harus yang segar atau telah didestilasi.

b) Timah (II) klorida (SnCl_2).

7.1.3.16.3 Prosedur

a) Tempatkan 40 gram semen dalam corong pemisah *Squibb* 1 Liter (CATATAN 1) dan aduk hingga dengan 250 mL air yang ditambahkan dalam 2 bagian yang sama banyak.

Kocok kuat-kuat dengan segera untuk menghasilkan penguraian yang sempurna. Kemudian tambahkan bagian kedua dan kocok kembali.

Sekaligus tambahkan dengan cepat 185 mL yang ke dalamnya telah dilarutkan 10 gram SnCl_2 (CATATAN 2) segera tutup corong, balikkan corong dan kocok dengan gerakan memutar selama beberapa detik untuk menggemburkan dan mendispersikan semen, hati-hati hindari tekanan dalam yang besar karena pengocokan yang terlampaui kuat tidak diperlukan.

Keluarkan tekanan dalam dengan segera dengan membuka dan menutup kran penutup. Ulangi pengocokan dan pengeluaran tekanan hingga semen terurai sempurna.

Jika perlu, hancurkan gumpalan-gumpalan semen yang masih ada dengan batang pengaduk gelas.

Segera dinginkan hingga suhu ruang dengan cara meletakkan corong di bawah aliran air kran.

CATATAN 1 Penggunaan gemuk untuk melumasi kran penutup dan gelas penutup pada corong pemisah harus dihindari. Basahi gelas penutup dengan air sebelum digunakan sehingga akan mempermudah pekerjaan.

CATATAN 2 Maksud penambahan SnCl_2 adalah untuk menghindari oksidasi dari sulfida sulfur menjadi unsur sulfur, yang larut dalam kloroform.

- b) Tambahkan 75 mL kloroform ke dalam larutan, tutup corong pemisah, kocok kuat-kuat selama 5 menit, dan biarkan selama 15 menit agar air dan kloroform terpisah.

Lapisan kloroform yang terletak pada bagian bawah dikeluarkan dan tampung ke dalam corong pemisah Squibb 125 mL, termasuk busanya (CATATAN 3) dan beberapa miliLiter lapisan air, pastikan semua lapisan busa telah dipindahkan.

Usahakan jumlah lapisan air yang terbawa sesedikit mungkin, karena kelebihan air yang terlalu banyak dalam corong pemisah 125 mL bisa menyebabkan ekstraksi tidak sempurna dari busa dan mungkin menyebabkan emulsi yang sulit dipisahkan. Kocok corong pemisah 250 mL lainnya yang berisi 50 mL air dan beberapa tetes HCl.

Kocok corong pemisah sama seperti pada keadaan corong pemisah 250 mL yang pertama.

Apabila kloroform memisah, alirkan ke dalam labu didih dasar rata (CATATAN 4), hati-hati jangan sampai air masuk ke dalam labu didih.

CATATAN 3 Biasanya berbentuk seperti busa muka. Mungkin mengandung senyawa organik yang larut dalam kloroform sesudah pengocokan dalam corong pemisah, dimana perbandingan air dengan kloroform besar. Mungkin busa dapat dipisahkan dan berada dalam volume sedikit dengan cara memutar corong pemisah perlahan-lahan setelah busa dialirkan ke bagian yang sempit dari corong pemisah.

CATATAN 4 Kemudian cairan didestilasi, penutup dari gabus atau karet tidak boleh dipanaskan, labu analisis tanah 250 mL atau 300 mL, dilengkapi dengan tabung kondensor dapat dipakai. Tabung kondensor mempunyai lekukan dekat leher dan dengan jaket pendingin air (*Cooling Water Jacket*). Kloroform yang diperoleh kembali dapat digunakan lagi seperti pada 7.1.3.16.2 butir a).

- c) Tambahkan 25 mL kloroform ke dalam larutan yang berada dalam corong pemisah 1 Liter semula, dan lakukan sesuai pada 7.1.3.16.3 butir b) simpan air cucian semula dalam corong pemisah 250 mL.

Ulangi dengan memakai 25 mL kloroform. Destilasi gabungan ekstrak kloroform di dalam labu didih hingga volumenya berkurang menjadi (10-15) mL. Saring larutan yang terpisah ke dalam gelas kimia 100 mL atau cawan penguat platina (CATATAN 5) yang telah diketahui beratnya melalui kertas saring berpori medium dan kemudian bilas dengan kloroform segar.

CATATAN 5 Cawan penguap platina lebih baik dipakai karena lebih cepat dicapai keseimbangan suhu. Apabila digunakan gelas kimia, harus dibiarkan untuk mencapai keseimbangan suhu sekurang-kurangnya 20 menit sebelum ditimbang.

Bilas labu dan cuci kertas saring dengan sedikit kloroform segar beberapa kali.

Uapkan ekstrak pada suhu rendah tidak lebih dari 63°C hingga kering (CATATAN 6) dan panaskan dalam oven pada suhu (57–63) °C selama 3 menit.

CATATAN 6 Hati-hati sewaktu penyaringan ekstrak karena banyak senyawa organik yang larut dalam kloroform menguap bila dipanaskan terlampau lama meskipun dipanaskan pada suhu sedang. Bila diberi perlindungan dari akumulasi debu, larutan dapat diuapkan pada suhu ruang bila dibiarkan semalam. Apabila diinginkan penguapan cepat, larutan dapat diuapkan di atas pelat panas pada suhu rendah sambil diberi aliran udara kering melalui tabung gelas berdiameter dalam 10 mm dan ketebalannya kira-kira 3 mm. Kemudian angkat gelas dari pelat panas dan dilanjutkan pengaliran udara kering pelan-pelan hingga residu kelihatan kering kemudian lanjutkan dengan aliran udara kering yang lebih cepat selama 5 menit pada suhu ruang sebelum gelas kimia diletakkan dalam oven pada suhu (57 – 63)°C. Setiap periode pemanasan 3 menit dalam oven, alirkan udara panas ke dalam wadah selama ± 15 detik sebelum ditimbang. Udara kering dapat dilewatkan setelah melalui bahan pengering, seperti kalsium klorida atau asam sulfat, diikuti dengan bahan pengering mempunyai efisiensi tinggi, seperti magnesium perklorat atau kalsium sulfat anhidrat, hati-hati hindari terbawanya debu dari pengering oleh udara. Disamping menggunakan udara tekan, yang sering terkontaminasi dengan minyak, kotoran dan uap air dapat juga dilakukan dengan meletakkan larutan kloroform di bawah sungkup kaca dan aliran udara melalui bahan pengering dengan memakai alat aspirator atau pompa vakum. Apabila diketahui hanya terdapat resin vinsol, residu lebih stabil dan dapat dipanaskan pada suhu (100-150) °C, tetapi bukan pada (57 – 63) °C yaitu bila terdapat juga unsur-unsur organik lainnya yang tidak stabil untuk menghilangkan seluruh sisa-sisa kloroform yang mungkin tertinggal.

Alirkan udara kering ke dalam wadah selama 15 detik, dinginkan dan timbang.

Ulangi pemanasan dan penimbangan sampai 2 kali penimbangan berturut-turut perbedaannya tidak lebih dari 0,001 0 gram. Dua hasil penimbangan terakhir yang lebih tinggi diambil sebagai berat yang sebenarnya.

7.1.3.16.4 Blangko

Lakukan penetapan blangko. Pijarkan 40 gram contoh semen pada suhu (950 – 1 000) °C selama 1 jam dan haluskan kembali. Perlakukan contoh yang telah dipijarkan dengan menggunakan prosedur dan sejumlah pereaksi yang sama dalam analisis, koreksi hasil yang didapat.

CATATAN Hati-hati bekerja sehingga senyawa organik terbakar sempurna. Tebarkan contoh dalam cawan penguap platina 100 mL dan dianjurkan memakai *muffle furnace* tidak tersedia, pembakar tipe *Maker* dengan suhu tinggi dapat dipakai. Pengadukan contoh secara sempurna harus dilakukan secara periodik setiap 5 menit jika menggunakan pembakar.

7.1.3.16.5 Perhitungan

Hitung persentase senyawa organik yang larut dalam kloroform hingga ketelitian 0,001 dengan mengalikan berat contoh dalam gram dari residu dengan 2,5 (100 dibagi dengan berat contoh yang digunakan 40 gram).

CATATAN Jika senyawa organik yang terdapat dalam semen adalah *tallow* maka residunya adalah asam-asam lemak yang berasal dari hidroksida *tallow* tersebut di dalam larutan asam panas dan beratnya harus dikalikan dengan 1,05 untuk memperoleh berat yang sebenarnya dari gliserida dalam *tallow* tersebut. Jika senyawa organik asalnya adalah kalsium stearat, maka residunya adalah asam stearat, dan beratnya dikalikan dengan 1,07 untuk memperoleh berat yang sebenarnya dari kalsium stearat tersebut.

7.1.4 Metode uji alternatif (*Optional*)

7.1.4.1 Kalsium oksida

7.1.4.1.1 Ringkasan metode uji

Metode uji meliputi penetapan CaO secara gravimetri adalah SiO_2 dan golongan ammonium hidroksida dipisahkan, diteruskan dengan pengendapan kalsium sebagai oksalat.

Endapan diubah menjadi CaO dengan pemijaran dan ditimbang.

Stronsium, biasanya terdapat dalam semen portland sebagai unsur minor, mengendap dengan kalsium sebagai Oksalat dan sesudah itu dihitung sebagai CaO. Jika kandungan SrO diketahui dan koreksi dari CaO untuk SrO diinginkan untuk contoh, untuk tujuan penelitian atau untuk membandingkan hasil dengan nilai sertifikat SRM, CaO yang diperoleh dengan metode uji ini dapat dikoreksi dengan pengurangan persentase SrO.

Dalam penetapan untuk memenuhi spesifikasi semen koreksi SrO untuk CaO tidak perlu dilakukan.

7.1.4.1.2 Prosedur

CATATAN 1 Apabila analisis dilakukan untuk memenuhi spesifikasi kemungkinan mangan terdapat dalam jumlah yang cukup akan menyebabkan persentase penetapan magnesium metode uji alternatif melebihi persyaratan spesifikasi, Mangan harus dipisahkan seperti diterangkan pada 7.1.3.9.3 butir b) sebelum penetapan CaO dengan metode alternatif.

Asamkan filtrat gabungan dari penetapan golongan ammonium hidroksida pada 7.1.3.3.1 sampai 7.1.3.3.4 bila perlu, kisatkan hingga volume kira-kira 200 mL.

Tambahkan 5 mL HCl, beberapa tetes larutan indikator metil merah dan 30 mL larutan Ammonium oksalat hangat (50 gram/L) (CATATAN 2). Panaskan larutan pada suhu (70-80) °C dan tambahkan NH_4OH (1+1) tetes demi tetes sambil diaduk sampai warna berubah dari merah menjadi kuning (CATATAN 3).

CATATAN 2 Jika larutan ammonium oksalat tidak jernih, larutan ini harus disaring sebelum digunakan.

CATATAN 3 Penetralkan ini harus dilakukan perlahan-lahan, jika tidak, endapan kalsium oksalat cenderung lolos melalui kertas saring. Apabila sejumlah penentuan ini dibuat secara serentak teknik berikut ini dapat membantu untuk memastikan netralisasi secara perlahan-lahan. Tambahkan 2 atau 3 tetes NH_4OH ke dalam gelas kimia pertama sambil diaduk, kemudian 2 atau 3 tetes ke gelas kimia kedua, dan seterusnya, kembali ke gelas kimia pertama dengan penambahan 2 atau 3 tetes lagi hingga warna indikator dalam masing-masing gelas kimia berubah.

Biarkan larutan tanpa pemanasan lebih lanjut selama 1 jam (jangan lebih), dengan sekali-kali diaduk selama 30 menit pertama. Saring dengan menggunakan kertas saring halus dan cuci secukupnya dengan larutan ammonium oksalat dingin (1 gram/L). Simpan filtrat dan air cucinya.

Pindahkan endapan dan kertas saring ke dalam gelas kimia semula. Larutkan endapan oksalat dalam 50 mL HCl panas (1+4) dan hancurkan kertas saring. Encerkan hingga 200 mL dengan air, tambahkan beberapa tetes indikator metil merah dan 20 mL larutan ammonium oksalat, panaskan larutan sampai hampir mendidih, dan endapkan kembali kalsium oksalat dengan cara peralatan larutan asam dengan larutan NH_4OH seperti diuraikan pada 7.1.3.9.3 butir a).

Biarkan larutan 1-2 jam, saring dan cuci seperti sebelumnya.

Gabungkan filtrat yang diperoleh dan simpan untuk penetapan MgO sesuai 7.1.3.10.3, keringkan endapan dalam krusibel bertutup yang diketahui beratnya.

Arangkan kertas tanpa nyala, bakar karbon pada suhu serendah mungkin, akhirnya pijarkan dengan krusibel bertutup rapat dalam tungku listrik pada suhu (1 100 – 1 200) °C.

Dinginkan dalam desikator dan timbang sebagai CaO.

Ulangi pemijaran hingga berat tetap.

7.1.4.1.3 Blangko

Buat penetapan blangko, dengan menggunakan prosedur dan sejumlah pereaksi yang sama dalam analisis dan koreksi hasil yang diperoleh.

7.1.4.1.4 Perhitungan

Hitung persentase CaO dengan ketelitian 0,1 dengan mengalikan berat dalam gram dari CaO dengan 200 (100 dibagi dengan berat contoh yang digunakan 0,5).

Koreksi dengan % CaO terhadap SrO, bila diinginkan, dengan pengurangan persen SrO.

7.1.4.2 Magnesium oksida metode volumetri

7.1.4.2.1 Ringkasan metode uji

Metode uji ini adalah prosedur volumetri yang sesuai untuk digunakan jika penetapan silikon dioksida (SiO_2), aluminium oksida (Al_2O_3), besi (III) oksida (Fe_2O_3), dan kalsium oksida (CaO) diabaikan.

7.1.4.2.2 Pereaksi

- a) Larutan ammonium nitrat (20 gram $\text{NH}_4\text{NO}_3/\text{L}$)
- b) Larutan ammonium oksalat (50 gram/L)
- c) Larutan hidroksiquinolin
 - Larutkan 25 gram dari 8-hidroksiquinolin dalam 60 mL asam asetat.
 - Bila larutan telah larut sempurna, encerkan hingga 2 Liter dengan air dingin.
 - Suhu miliLiter dari larutan ini setara dengan 0,001 6 gram MgO.
- d) Larutan baku kalium bromat-kalium bromida (0,2 N)
 - Larutkan 20 gram kalium bromida (KBr) dan 5,57 gram Kalium bromat (KBrO_3) dalam 200 mL air dan encerkan hingga 1 Liter.
 - Tetapkan perbandingan konsentrasi dari larutan ini terhadap larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N pada 7.1.4.2.2 butir e) sebagai berikut:
 - Pada 200 mL air dalam labu erlenmeyer 500 mL tambahkan 25,0 mL larutan KBrO_3 -KBr 0,2 N.
 - Tambahkan 20 mL HCl, kocok, dan tambahkan segera 10 mL Kalium iodida (KI)(250 gram/L).
 - Kocok dan titrasi segera dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hingga larutan hampir tidak berwarna. Tambahkan 2 mL larutan kanji dan titrasi hingga warna biru hilang.

- Hitung perbandingan konsentrasi larutan $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ terhadap larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan membagi volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan volume $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ yang digunakan dalam titrasi.
- e) Larutan baku kalium iodida (0,1 N)
- Larutkan 25 gram natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dalam 200 mL air, tambahkan 0,1 gram natrium karbonat (Na_2CO_3), dan encerkan hingga 1 Liter.
 - Biarkan sekurang-kurangnya selama 1 minggu. Segera bakukan larutan ini terhadap baku primer Kalium bikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$). Satu miliLiter larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,10 N setara dengan 0,000 504 gram MgO .
- f) Larutan kanji
- Pada 500 mL air mendidih tambahkan suspensi dingin 5 gram kanji yang dapat larut di dalam 25 mL air, dinginkan larutan hingga suhu ruang, tambahkan semua larutan dingin yang terbuat dari 5 gram natrium hidroksida (NaOH) dalam 50 mL air, tambahkan 15 gram KI, dan aduk sempurna.

7.1.4.2.3 Prosedur

- a) Dispersikan 0,5 gram (CATATAN 1) contoh semen dalam gelas kimia 400 mL dengan 10 mL air, sambil digoyangkan, sekaligus tambahkan 10 mL HCl .

Segera encerkan hingga 100 mL.

Panaskan dengan perlahan-lahan dan hancurkan setiap partikel kasar dengan batang pengaduk berujung rata hingga terurai sempurna, tambahkan 2 atau 3 tetes HNO_3 dan panaskan hingga mendidih (CATATAN 2).

CATATAN 1 Jika SiO_2 golongan ammonium hidroksida, dan CaO dipisahkan dan ditetapkan sesuai dengan metode yang tepat, baik metode referensi maupun metode uji alternatif, filtrat yang tertinggal dapat digunakan untuk penetapan MgO seperti diuraikan dalam 7.1.4.2.3 butir a) dimulai dari kalimat terakhir pada 7.1.4.2.3 butir c), yaitu "Tambahkan 5 mL HCl dst" . .

CATATAN 2 Dalam hal semen yang mengandung *blast-furnace Slag* atau sejumlah sulfida sulfur yang cukup berarti, tambahkan 12 tetes HNO_3 dan didihkan selama 20 menit untuk mengoksidasi besi dan menghilangkan sulfida.

- b) Tambahkan 3 tetes indikator metil merah ke dalam larutan dan kemudian tambah NH_4OH hingga larutan berwarna kuning.

Panaskan larutan hingga mendidih dan teruskan pendidihan selama (50-60) detik. Apabila kesulitan timbul karena *bumping* pada pendidihan larutan Amoniak, pada periode *pendigestan* selama 10 menit pada penangas uap, atau di atas pelat pemanas yang mempunyai suhu sama dapat digunakan sebagai pengganti pendidihan lebih lanjut selama 50 detik -60 detik di atas pembakaran.

Pindahkan dari pembakar, penangas uap, atau pelat pemanas dan biarkan hingga endapan turun.

Gunakan kertas saring berpori medium, segera saring larutan, cuci endapan dua kali dengan NH_4NO_3 panas (20 gram/L), dan simpan filtratnya.

Pindahkan endapan dengan kertas saring ke dalam gelas kimia dan larutkan dengan 10 mL HCl (1+1). Hancurkan kertas saring. Encerkan hingga ± 100 mL dan panaskan hingga mendidih.

Endapan disaring kembali dan cuci hidroksida seperti di atas.

Gabungkan filtrat dan air cucian pengendapan pertama, jaga agar volume tidak melebihi 300 mL (CATATAN 3). Tambahkan 5 mL HCl, beberapa tetes larutan indikator metil merah dan 30 mL larutan ammonium oksalat hangat (50 gram/L).

Panaskan larutan pada (70-80) °C dan tambahkan tetes demi tetes NH_4OH (1+1), sambil diaduk, hingga warna berubah dari merah menjadi kuning (CATATAN 4).

Biarkan larutan tanpa pemanasan lebih lanjut selama 15 menit di atas penangas uap.

Tambahkan 10 mL - 25 mL pereaksi 8-hidroksi quinolin (CATATAN 4) dan 4 mL larutan NH_4OH /100 mL larutan. Aduk larutan pada mesin pengaduk mekanik selama 15 menit, angkat dan biarkan hingga endapan turun (CATATAN 5).

Saring larutan menggunakan kertas saring berpori medium dan cuci endapan dengan NH_4OH (1+40). Larutkan endapan dengan (50-75) mL HCl panas (1+9) dalam labu erlenmeyer 500 mL.

Encerkan hasil larutan yang diperoleh hingga 200 mL dan tambahkan 15 mL HCl.

Dinginkan larutan sampai 25 °C dan tambahkan dengan pipet atau buret (10-35) mL larutan $\text{KBrO}_3 - \text{KBr}$ 0,2 N (CATATAN 6).

Aduk larutan dan biarkan selama kurang lebih 30 detik untuk meyakinkan brominasi sempurna.

Tambahkan 10 mL KI (250 gram/L). Aduk larutan yang diperoleh dengan baik dan titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai warna iodine menjadi kuning pucat. Pada tahap ini tambahkan 2 mL larutan kanji dan titrasi larutan hingga warna biru hilang.

CATATAN 3 Dalam hal ini semen mengandung *blast furnace*, atau dianggap mengandung Mangan yang cukup berarti, asamkan dengan HCl, kisarkan menjadi 100 mL, dan pisahkan mangan, seperti yang dijelaskan dalam 7.1.3.9.3 butir a).

CATATAN 4 Kelebihan pereaksi 8-hidroksi quinolin diperlukan untuk menghindari hasil MgO yang rendah, tetapi apabila terlalu berlebihan akan memberikan hasil yang lebih tinggi.

Petunjuk di bawah ini harus digunakan untuk menetapkan jumlah pereaksi yang ditambahkan.

Tabel 7 – Perbandingan kadar MgO dengan jumlah pereaksi yang diperlukan

Perkiraan kadar MgO, %	Perkiraan jumlah pereaksi yang diperlukan, mL
0 – 1,5	10
1,5 – 3,0	15
3,0 – 4,5	20
4,5 – 6,0	25

CATATAN 5 Dalam selang waktu 1 jam endapan harus disaring. Bila lebih lama menyebabkan hasil yang tinggi.

CATATAN 6 Jumlah larutan baku $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ harus menggunakan daftar berikut ini (persyaratan, bukan catatan):

Tabel 8 – Perbandingan kadar MgO dengan jumlah larutan baku

Perkiraan kadar MgO, %	Jumlah larutan baku KBrO ₃ – KBr, mL
0 – 1	10
1 – 2	15
2 – 3	20
3 – 4	25
4 – 5	30
5 – 6	35

7.1.4.2.4 Blangko

Buat penetapan blangko, dengan menggunakan prosedur dan sejumlah pereaksi yang sama, dan koreksi hasil yang diperoleh dalam analisis.

7.1.4.2.5 Perhitungan

Hitung persentase MgO dengan ketelitian 0,1 seperti berikut:

$$\% \text{ MgO} = E (V_1 R - V_2) \times 200$$

Keterangan:

- E adalah kesetaraan MgO dengan larutan Na₂S₂O₃, gram/mL;
V₁ adalah miliLiter larutan KBrO₃ – KBr yang digunakan;
R adalah perbandingan kekuatan larutan KBrO₃ – KBr terhadap larutan Na₂S₂O₃;
V₂ adalah larutan Na₂S₂O₃ yang digunakan, mL;
200 adalah 100 dibagi berat contoh yang digunakan (0,5 gram).

CATATAN V₁R menunjukkan volume larutan Na₂S₂O₃ yang setara dengan volume larutan KBrO₃-KBr yang digunakan, V₂ menunjukkan jumlah Na₂S₂O₃ yang diperlukan oleh kelebihan KBrO₃-KBr yang tidak direduksi oleh magnesium oksiquinolat.

7.1.4.3 Titanium dioksida

7.1.4.3.1 Ringkasan metode uji

Metode uji dioksida (TiO₂) ditentukan secara kolorimetri dengan membandingkan intensitas warna larutan peroksida titanium dalam contoh dengan intensitas warna larutan peroksida buku titanik sulfat.

7.1.4.3.2 Gangguan

Elemen-elemen pengganggu dalam metode peroksida untuk TiO₂ adalah vanadium, molibdenum, dan kromium. Dalam jumlah kecil dapat menimbulkan gangguan terhadap elemen lainnya dalam semen oleh karena itu peleburan dengan Na₂CO₃ 7.1.4.3.5 butir d) dan ekstraksi dengan air diperlukan.

7.1.4.3.3 Peralatan

Kolorimeter

Peralatan harus terdiri dari kolorimeter dari tipe *Kennicou* atau *Duboscq*, atau kolorimeter lain atau spektrometer yang dirancang untuk mengukur transmitan cahaya, dan dapat dipakai untuk pengukuran pada panjang gelombang 400 nm-450 nm.

7.1.4.3.4 Perekasi

- Ammonium klorida (NH_4Cl).
- Ammonium nitrat (NH_4NO_3 20 gram/L).
- Larutan besi (II) sulfat (1 mL = 0,005 gram Fe_2O_3).

Larutkan 17,4 gram besi (II) sulfat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dalam air yang mengandung 50 mL H_2SO_4 dan encerkan hingga 1L. Satu miliLiter setara dengan 1% Fe_2O_3 dalam 0,5 gram contoh.

- Hidrogen peroksida (30%).
Hidrogen peroksida pekat (H_2O_2).
- Natrium karbonat (20 g/L Na_2CO_3).
- Natrium atau kalium piro-sulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ atau $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$).
- Larutan baku titanik sulfat (1 mL = 0,000 2 g TiO_2).

- Gunakan TiO_2 baku yang disediakan oleh *National Bureau of Standards* (contoh baku 154 atau penggantinya). Keringkan selama 2 jam pada $(105 - 110)^\circ\text{C}$. Pindahkan TiO_2 seberat (0,20-0,21) gram pada 125 mL gelas kimia philips.
- Tambahkan 5 gram ammonium sulfat ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) dan 10 mL H_2SO_4 ke dalam gelas kimia dan masukkan corong pemisah gelas bertangkai pendek ke dalam mulut gelas kimia.
- Panaskan campuran terus menerus sampai mendidih sambil labu diputar di atas nyala api. Lanjutkan pemanasan hingga larutan larut sempurna efektif dan tidak ada bagian dari bahan yang menempel pada dinding labu.

CATATAN Walaupun terdapat sedikit residu TiO_2 , tidak akan mengganggu apabila prosedur ini dilaksanakan dengan baik.

- Dinginkan dan segera tuangkan larutan ke dalam 200 mL air dingin sambil diaduk kuat-kuat.
- Bilas labu dan corong dengan H_2SO_4 (1 + 19), aduk, kemudian diamkan larutan dan air cucian sekurang selama 24 jam. Saring ke dalam labu takar 1 Liter, cuci saringan dengan sempurna memakai H_2SO_4 (1+19), encerkan hingga tanda batas dengan H_2SO_4 (1+19), dan kocok.

Hitung kesetaraan TiO_2 , dari larutan titanik sulfat, gram/mL, seperti berikut:

$$E = \frac{AB}{1\,000}$$

Keterangan:

- E adalah kesetaraan TiO_2 , dari larutan $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$, gram/mL;
 A adalah gram TiO_2 , baku yang digunakan (koreksi untuk kehilangan pada pengeringan);
 B adalah persentase TiO_2 , baku sebagaimana tercantum dalam sertifikat dikeluarkan oleh *National Bureau of Standards* (NBS), dibagi dengan 100;
 1 000 adalah miliLiter larutan dalam labu takar.

7.1.4.3.5 Prosedur

- a) Campur dengan sempurna 0,5 gram contoh semen dan 0,5 gram NH_4Cl dalam gelas kimia 50 mL, tutup gelas kimia dengan kaca arloji, dan tambahkan secara hati-hati 5 mL HCl .

Biarkan asam mengalir ke bawah melewati bibir dari gelas kimia tertutup.

Setelah reaksi kimia reda, angkat penutup, aduk campuran dengan batang pengaduk gelas, tutup kembali (CATATAN 1) selama waktu *pendigestan*, aduk isi sekali lagi hancurkan gumpalan yang masih ada untuk memudahkan semen terurai sempurna.

Letakkan dengan cepat kertas saring berpori medium ke dalam corong dan pindahkan endapan ke atas kertas saring. Gosok dinding dalam kelas kimia dengan *policeman* karet dan bilas gelas kimia dan *policeman* tersebut.

Cuci kertas saring dua atau tiga kali dengan HCl panas (1+99), dan kemudian dengan sedikit air panas sebanyak sepuluh atau duabelas kali, biarkan setiap kali pencucian air mengalir sampai habis.

CATATAN 1 Pelat panas dapat digunakan sebagai pengganti penangas uap. Jika alat tersebut dilengkapi dengan pengatur suhu sehingga panas yang dihasilkan mendekati panas penangas uap.

- b) Pindahkan kertas saring dan residu ke dalam krusibel (CATATAN 2), keringkan dan pijarkan pelan-pelan hingga karbon dari kertas saring terbakar sempurna tanpa nyala.

Perlakukan SiO_2 yang diperoleh dengan 0,5 mL-1 mL air, 10 mL HF , dan 1 tetes H_2SO_4 , dan uapkan hati-hati sampai kering. (CATATAN 3).

CATATAN 2 Bila prosedur yang lebih singkat diinginkan untuk tujuan selain dari cara uji referee, biasanya dengan sedikit mengabaikan ketelitian prosedur seperti 7.1.4.3.5 butir b) dapat dihilangkan.

CATATAN 3 Bila penetapan SiO_2 diinginkan sebagai tambahan pada penetapan TiO_2 , SiO_2 dapat diperlakukan dengan HF seperti dalam 7.1.3.2.1.3 sampai 7.1.3.2.1.4.

- c) Panaskan filtrat hingga mendidih dan tambahkan NH_4OH hingga larutan menjadi benar-benar alkali, ditunjukkan dengan bau amoniak.

Tambahkan sedikit bubuk kertas saring ke dalam larutan dan didihkan selama (50–60) detik.

Biarkan endapan terbentuk, saring melalui kertas saring berpori medium, dan cuci dua kali dengan larutan NH_4NO_3 panas (20 gram/L).

Tempatkan endapan dalam krusibel yang SiO_2 nya telah diperlakukan dengan HF dan pijarkan perlahan-lahan hingga karbon dari kertas saring habis.

CATATAN 4 Bila penetapan golongan ammonium hidroksida diinginkan dalam penambahan pada suhu TiO_2 , pengendapan dan pemijaran mungkin dibuat seperti dalam 7.1.3.3.3 butir a) sampai dengan 7.1.3.3.3 butir d). Bagaimanapun juga, krusibel harus mengandung residu dari perlakuan SiO_2 dengan HF kecuali keadaan mengijinkan untuk meniadakan hal ini seperti ditunjukkan dalam CATATAN 58.

- d) Tambahkan 5 gram Na_2CO_3 , ke dalam krusibel dan lebur selama (10-15) menit (lihat "Gangguan").

Dinginkan, pisahkan lelehan dari krusibel dan pindahkan ke dalam gelas kimia kecil.

Cuci krusibel dengan air panas menggunakan policeman karet. *Digest* lelehan dan cuci hingga lelehan hancur kemudian saring melalui kertas saring berpori medium berdiameter 9 cm dan cuci beberapa kali dengan Na_2CO_3 (20 gram/L).

Buang filtrat, letakkan endapan dalam krusibel dan pijarkan perlahan-lahan hingga karbon dari kertas saring terbakar sempurna. Tambahkan 3 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ atau $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ ke dalam krusibel dan panaskan sampai pijar hingga residu larut dalam lelehan (CATATAN 5).

Dinginkan dan larutkan kumpulan leburan ke dalam air yang mengandung 2,5 mL H_2SO_4 .

Jika perlu kurangi volume larutan (CATATAN 6), saring ke dalam labu ukur 100 mL melalui kertas saring berpori medium berdiameter 7 cm dan cuci dengan air panas. Tambahkan 5 mL H_3PO_4 dan dinginkan larutan dengan air, dan kocok sempurna.

CATATAN 5 Mulailah pemanasan dengan hati-hati karena pirosulfat (juga diketahui sebagai leburan bisulfat) yang memercik pada permulaan pemanasan karena H_2SO_4 . Hindari suhu tinggi atau pemanasan terlalu lama yang tidak diperlukan karena leburan pirosulfat dapat merusak platina. Pakailah pirosulfat yang tidak memercik dengan jalan memberikan pemanasan sebagian pirosulfat dalam krusibel untuk menghilangkan kelebihan H_2SO_4 dan hancurkan masa leburan dingin.

CATATAN 6 Apabila larutan diuapkan sampai volume menjadi sedikit dan dibiarkan isinya menjadi dingin, dapat menyebabkan endapan sulfat sukar untuk larut kembali. Dalam hal terjadi penguapan berlebihan, jangan biarkan isinya menjadi dingin, tetapi tambahkan air panas dan *digest* di atas penangas uap atau perlu pemanas sampai semua endapan larut kembali, dengan kemungkinan masih adanya sedikit SiO_2 yang tidak dapat larut kembali.

CATATAN 7 Dari waktu ke waktu hidrogen peroksida akan terurai. Kekuatannya dapat ditentukan dengan menambahkan sejumlah tertentu ke dalam 200 mL air dingin dan 10 mL H_2SO_4 (1+1) dan kemudian dititrasi dengan larutan baku kalium permanganat (KMnO_4) yang dipersiapkan sesuai 7.1.3.9.2 butir b). Jika larutan baku mengandung 0,005 635 7 gram KMnO_4 /mL, maka 49,5 mL larutan ini diperlukan oleh 0,50 mL H_2O_2 30%.

- e) Siapkan larutan baku referensi dari larutan baku $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ atau sederetan larutan baku referensi dalam labu takar 100 mL, tergantung pada tipe kolorimeter yang digunakan.

Ke dalam masing-masing larutan, tambahkan 3 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ atau $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ yang telah dilarutkan di dalam air, kemudian tambahkan sejumlah larutan Fe_2SO_4 yang setara dengan Fe_2O_3 yang mengandung 0,5 gram semen, 2,5 mL H_2SO_4 dan 5 mL larutan H_3PO_4 (CATATAN 8). Bila larutan berada pada suhu ruang, tambahkan 1,0 mL H_2O_2 30%, encerkan hingga tanda batas dengan air dan kocok sempurna (CATATAN 9).

CATATAN 8 Warna yang ditimbulkan oleh larutan $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ sebagian pengaruh pengelantangan H_2SO_4 , H_3PO_4 dan garam-garam alkali pada ion besi dan ion peritanic. Urutan harus diikuti untuk memperoleh ketepatan yang tinggi. Meskipun demikian bila diinginkan prosedur yang lebih singkat untuk maksud selain analisis *referee*, penambahan pirosulfat, larutan FeSO_4 dan H_3PO_4 kepada larutan perbandingan dapat dihilangkan bila Fe_2O_3 di dalam contoh semen kurang dari 5%. Hal ini dapat menyebabkan ketepatan sedikit berkurang.

CATATAN 9 Warna berkembang dengan cepat dan stabil untuk beberapa waktu, tetapi apabila larutan peroksida dibiarkan dalam waktu yang lama, gelembung oksigen akan muncul dan mengganggu perbandingan warna. Bila isi dari tabung pertama diaduk-aduk, kemungkinan terbentuk gelembung-gelembung halus yang harus dibiarkan sampai jernih sebelum perbandingan dilakukan. Perbandingan antara larutan baku dan contoh harus dilakukan dalam selang waktu tidak lebih dari 30 menit setelah penambahan H_2O_2 .

- f) Bandingkan warna, transmittan cahaya atau absorbansi dari larutan contoh dengan larutan baku referensi.

Cara membandingkan larutan berwarna atau pengukuran transmittan atau absorbansi tergantung pada tipe peralatan (lihat 7.1.4.3.5 butir g sampai dengan 7.1.4.3.5 butir i) dan harus sesuai dengan petunjuk pemakaian alat yang diberikan oleh pamanufaktur.

Bila larutan peroksida semen dibandingkan dengan satu larutan peroksida baku, ingatlah bahwa dari larutan baku tunggal ini tidak dapat mencakup semua daerah kadar TiO_2 yang diperlukan. Perbedaan volume atau kedalaman untuk kedua cairan tidak boleh lebih dari 50% dari harga terkecil.

Semua larutan harus mengandung H_2SO_4 , H_3PO_4 , $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ dan persulfat yang konsentrasinya telah ditetapkan, kecuali bila diinginkan seperti keadaan yang sesuai dengan CATATAN 10.

CATATAN 10 Walaupun terdapat sedikit residu TiO_2 , tidak akan mengganggu apabila prosedur ini dilaksanakan dengan baik.

- g) Kolorimeter tipe Kennicott
Dengan menggunakan torak (*plunger*) dalam suatu reservoir larutan peroksida baku, atur jumlah larutan yang dilewati cahaya sampai memberikan intensitas warna yang sama dengan larutan peroksida contoh.
- h) Kolorimeter tipe Duboscq
Naik atau turunkan torak dari mangkuk sehingga kedua larutan memberikan intensitas warna yang sama bila dilihat dari atas. Perbandingan warna dapat dilakukan secara visual atau fotoelektrik.
- i) Kolorimeter yang dirancang untuk mengukur transmittan cahaya
Pengukuran harus dilakukan pada panjang gelombang 400 nm-450 nm dapat dilakukan baik secara visual atau secara fotoelektrik. Pada kebanyakan kolorimeter tipe ini, peralatan dikalibrasi dengan larutan baku dan kurva kalibrasi menunjukkan hubungan antara transmittan cahaya atau absorbansi terhadap kadar TiO_2 (yang telah dipersiapkan terlebih dahulu).

7.1.4.3.6 Blangko

Buat penetapan blangko, mengikuti prosedur dan sejumlah pereaksi yang sama dan koreksi hasil yang diperoleh dalam analisis.

7.1.4.3.7 Perhitungan

Hitung persentase TiO_2 dengan ketelitian 0,01. Bila kolorimeter dirancang untuk mengukur transmittan cahaya yang digunakan: baca persentase TiO_2 dari kurva kalibrasi yang menunjukkan hubungan intensitas cahaya terhadap kadar TiO_2 .

Bila larutan peroksida contoh dibandingkan dengan salah satu larutan baku referensi, hitung persentase TiO_2 sebagai berikut.

Untuk kolorimeter tipe kennicott:

$$\% \text{TiO}_2 = (100 \text{ VE/S}) \times (\text{D/C})$$

Untuk kolorimeter tipe duboscq:

$$\% \text{TiO}_2 = (100 \text{ VE/S}) \times (\text{F/G})$$

Keterangan:

- V adalah miliLiter larutan baku Ti (SO₄)₂ dalam larutan peroksida baku;
 E adalah kesetaraan TiO₂ dari larutan baku Ti (SO₄)₂, gram/mL;
 S adalah gram contoh yang digunakan;
 C adalah volume total dari larutan baku referensi peroksida, mL ;
 D adalah volume larutan baku referensi peroksida yang sebanding dengan larutan peroksida contoh, mL ;
 F adalah kedalaman larutan peroksida baku referensi yang dilewati cahaya;
 G adalah kedalaman larutan peroksida contoh yang dilewati cahaya.

CATATAN Perbedaan antara D dan C atau antara F dan G tidak boleh melebihi 50% dari harga terkecil.

7.1.4.4 Fosfor pentaoksida

7.1.4.4.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode ini, fosfor ditetapkan secara volumetri dengan mengendapkan fosfor sebagai ammonium fosfomolibdat dan ditirasi dengan NaOH dan H₂SO₄.

7.1.4.4.2 Pereaksi

a) Larutan ammonium molibdat

Siapkan larutan sesuai dengan 7.1.3.5.3 butir a).

b) Ammonium nitrat (NH₄NO₃)

c) Larutan kalium nitrat (10 gram/L)

Larutkan 10 gram kalium nitrat (KNO₃) dalam air dengan yang telah bebas CO₂, encerkan hingga 1 Liter (air dibebaskan dari CO₂ dengan cara pendidihan).

d) Larutan baku, natrium hidroksida (0,3 N)

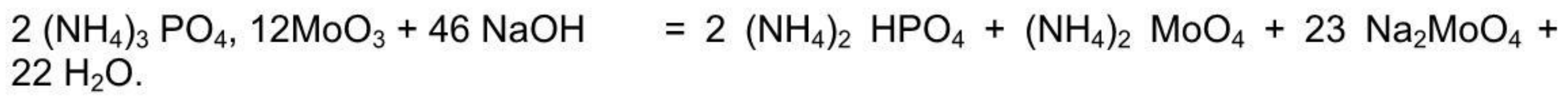
- Larutkan 12 gram natrium hidroksida (NaOH) dalam 1 Liter air dingin yang telah bebas CO₂ (air dibebaskan dari CO₂ dengan cara pendidihan).
- Tambahkan 10 mL larutan jenuh barium hidroksida (Ba(OH)₂) yang segar dan telah disaring.
- Kocok larutan secara teratur untuk beberapa jam, dan saring.
- Jaga kontaminasi CO₂ dari udara.
- Bakukan larutan terhadap asam kalium phthalat (contoh standard No. 84) atau asam benzoat (contoh standard No. 39) yang telah disediakan oleh *National Berau Standards* sesuai dengan petunjuk yang melengkapi material standar tersebut.
- Hitung kesetaraan fosfor pentaoksida (P₂O₅) dari larutan (gram/L), seperti berikut:

$$E = N \times 0,003\ 086$$

Keterangan:

- E adalah kesetaraan P₂O₅ dengan larutan NaOH, gram/mL;
 N adalah normalitas larutan NaOH;
 0,003 086 adalah kesetaraan P₂O₅ terhadap larutan NaOH 1N, gram/mL.

CATATAN Nilai dari larutan didasarkan pada anggapan bahwa fosfor dalam semen diendapkan sebagai Ammonium fosfomolibdat ($2(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$, 12 MoO_3) dan endapan bereaksi dengan larutan NaOH :



Angka 0,003 086 diperoleh dengan membagi berat molekul P_2O_5 (141,96) dengan mm 46 (46 adalah jumlah NaOH dalam persamaan reaksi) dan dengan 1 000 (bilangan miliLiter dalam 1 Liter). Karena komposisi sebenarnya dari endapan dipengaruhi oleh kondisi pengendapan, oleh karena itu penting untuk memperhatikan urutan prosedur dengan teliti seperti yang telah dijelaskan.

- e) Natrium nitrit (NaNO_2 50 gram/L)
- f) Larutan baku, asam sulfat (0,15 N)

Encerkan 4,0 mL H_2SO_4 hingga 1 L dengan air dingin yang baru dididihkan. Bakukan terhadap larutan baku NaOH. Tetapkan perbandingan konsentrasi larutan baku H_2SO_4 terhadap volume larutan NaOH dengan membagi volume larutan NaOH oleh volume larutan H_2SO_4 yang digunakan dalam titrasi.

7.1.4.4.3 Prosedur

- a) Timbang (1-3) gram contoh (CATATAN 1) dan 10 g NH_4NO_3 ke dalam gelas kimia 150 mL.

Aduk campuran, tambah 10 mL HNO_3 , dan aduk dengan cepat, dengan menggunakan batang pengaduk berujung rata untuk menghancurkan gumpalan-gumpalan semen, hingga semen terurai sempurna dan gel kental dari silica (SiO_2) pecah.

Tutup gelas dengan kaca arloji, letakkan di atas penangas air atau pelat pemanas pada suhu kira-kira 100°C selama (15-20) menit, dan aduk isinya sekali-sekali selama pemanasan.

Tambahkan 20 mL air panas ke dalam gelas kimia dan aduk isinya.

Jika semen mengandung kadar mangan yang cukup terlihat adanya residu berwarna merah atau coklat, tambahkan beberapa miliLiter NaNO_2 (50 gram/L) untuk melarutkan residu tersebut.

Didihkan isi dari gelas kimia hingga semua uap nitrous habis.

Prosedur ini harus dilaksanakan dalam waktu tidak lebih dari 5 menit, dan air harus ditambah untuk menggantikan bagian yang hilang karena penguapan.

Saring, menggunakan kertas saring berpori sedang, ke dalam gelas kimia 400 mL di bawah pengisap dan dengan kerucut platina untuk menyangga kertas saring. Cuci residu SiO_2 dengan air panas sampai volume filtrat dan air cucian kurang lebih 150 mL.

CATATAN 1 Jumlah contoh dan pereaksi yang digunakan tergantung pada kadar fosfor dalam semen. Jumlah minimum diperlukan apabila semen mengandung 0,5% P_2O_5 atau lebih besar. Jumlah maksimum diperlukan apabila kadar P_2O_5 yang ditentukan adalah 0,1% atau lebih kecil.

- b) Panaskan larutan pada suhu (69-71) $^\circ\text{C}$, pindahkan dari sumber panas, dan segera tambahkan (50-100) mL larutan ammonium molibdat.

Aduk larutan kuat-kuat selama 5 menit, cuci sisi bagian dalam dari gelas kimia dengan larutan dingin KNO_3 (10 gram/L), tutup gelas kimia dengan kaca arloji dan biarkan selama 2 jam.

Gunakan pengisap, saring endapan (CATATAN 2) dekantasi larutan dengan sesedikit mungkin mengganggu endapan. Aduk endapan dalam gelas kimia dengan aliran larutan dingin KNO_3 , dekantasi cairan, kemudian cuci endapan di atas penyaring.

Gosok batang pengaduk dan gelas kimia dengan *policeman*, cuci dan tuangkan isinya di atas penyaring. Cuci endapan hingga bebas asam (CATATAN 3), biarkan setiap kali penambahan larutan pencuci terhisap sempurna sebelum penambahan selanjutnya.

CATATAN 2 Saringan dapat berupa kertas saring berpori medium yang disangga dengan kerucut platina atau corong *hirsch* kecil dengan menggunakan kertas saring yang dipotong sesuai dan lapisan tipis dari bubuk kertas atau bubuk asbes yang telah dicuci bebas asam. Penyaringan harus dilakukan dengan hati-hati yang telah dicuci bebas asam. Penyaringan harus dilakukan dengan hati-hati untuk menghindari hilangnya endapan. Saringan harus benar-benar tepat, dan penghisapan harus dilakukan sebelum penyaringan dan pertahankan hingga pencucian selesai.

CATATAN 3 Diperkirakan kira-kira 10 kali pencucian. Uji air pencucian yang ke 10 dengan tetes indikator phenophtalein dan setengan tetes larutan baku NaOH. Jika warna merah muda muncul dan kelihatan sekurang-kurangnya 5 menit, endapan benar-benar bebas asam, jika tidak pencucian harus dilanjutkan.

- c) Pindahkan saringan dan endapan ke dalam gelas kimia yang dipakai untuk pengendapan, gunakan potongan kecil kertas lembab untuk membersihkan corong dan mengangkat bagian-bagian endapan yang mungkin ada pada corong.

Tambahkan 20 mL air dingin bebas CO_2 ke dalam gelas kimia dan hancurkan kertas saring dengan *policeman* yang digunakan untuk menggosok gelas kimia.

Tambahkan larutan NaOH 0,3 N berlebih, aduk isi gelas kimia hingga bercak warna kuning hilang, cuci bersih *policeman* dan dinding gelas kimia dengan 50 mL air dingin bebas CO_2 , dan tambah 2 tetes larutan netral indikator phenolphthalein.

Perlakukan larutan dengan larutan H_2SO_4 0,15 N, dalam jumlah yang terukur, cukup untuk menghilangkan warna merah muda dengan sempurna.

Sempurnakan titrasi dengan larutan NaOH hingga sedikit warna merah muda bertahan selama sekurang-kurangnya 5 menit.

7.1.4.4.4 Blangko

Buat penetapan blangko, mengikuti prosedur dan sejumlah pereaksi yang sama, koreksi hasil yang diperoleh dalam analisis.

7.1.4.4.5 Perhitungan

Hitung persentase P_2O_5 hingga ketelitian 0,01 sebagai berikut:

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 = [E(V_1 - V_2R)/S] \times 100$$

Keterangan:

- E adalah kesetaraan P_2O_5 terhadap larutan NaOH, g/L;
 V_1 adalah miliLiter larutan NaOH yang digunakan;
 V_2 adalah miliLiter H_2SO_4 yang digunakan;
 R adalah perbandingan kekuatan larutan H_2SO_4 terhadap larutan NaOH;
 S adalah gram contoh yang digunakan.

7.1.4.5 Mangan oksida

7.1.4.5.1 Ringkasan metode uji

Dalam metode uji, mangan oksida ditetapkan secara volumetri dengan titrasi oleh larutan kalium permanganat.

7.1.4.5.2 Pereaksi

- a) Larutan baku kalium permanganat (0,18 N)

Siapkan larutan kalium permanganat (KMnO_4) dan bakukan seperti yang diuraikan dalam 7.1.3.9.2 butir b), kecuali mangan oksida (Mn_2O_3) kesetaraan larutannya dihitung dengan kesetaraan kalium oksida (CaO).

Hitung kesetaraan Mn_2O dalam larutan sebagai berikut :

$$E = (B \times 0,3534) / A$$

Keterangan :

E adalah kesetaraan Mn_2O_3 terhadap larutan KMnO_4 , g/mL;
 B adalah gram $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang digunakan;
 A adalah miliLiter larutan KMnO_4 yang diperlukan dalam titrasi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
 0,3534 adalah perbandingan molekul dari $3\text{Mn}_2\text{O}_3$ terhadap $10\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

- b) Serbuk seng oksida (ZnO)

7.1.4.5.3 Prosedur

- a) Tempatkan 2 gram contoh dalam gelas kimia 250 mL dan tambahkan kira-kira 50 mL air.

Aduk campuran hingga terjadi suspensi dan kemudian tambahkan 15 mL HCl. Panaskan campuran hati-hati hingga larutan terbentuk sempurna mungkin.

Tambahkan 5 mL HNO_3 dan 50 mL air ke dalam larutan dan didihkan sampai sebagian klor ke luar.

Bila perlu, tambahkan air panas untuk mempertahankan volume ± 100 mL.

Hentikan pendidihan dan tambahkan serbuk ZnO ke dalam larutan sampai bebas asam.

Tambahkan (3-5) gram serbuk ZnO berlebih ke dalam larutan dan didihkan selama beberapa menit.

- b) Tanpa penyaringan, dan sambil dijaga larutan tetap dipanaskan (90-100) $^{\circ}\text{C}$ dengan pemanasan sebentar-sebentar atau terus menerus, titrasi dengan larutan baku KMnO_4 0,18 N, hingga penambahan 1 tetes KMnO_4 menimbulkan warna merah muda yang tidak hilang lagi.

Mendekati titik akhir titrasi, biarkan endapan sedikit turun, dan amati warna lapisan larutan dari sisi samping gelas kimia.

7.1.4.5.4 Blangko

Buat penetapan blangko, menguti prosedur dan sejumlah pereaksi yang sama dan koreksi hasil yang diperoleh dalam analisis.

7.1.4.5.5 Perhitungan

Hitung persentase Mn_2O_3 hingga ketelitian 0,01 sebagai berikut:

$$\% \text{Mn}_2\text{O}_3 = E V \times 50$$

Keterangan:

- E adalah kesetaraan Mn_2O_3 dengan larutan KMnO_4 , gram/mL;
 V adalah mili Liter larutan KMnO_4 yang digunakan;
 50 adalah 100 dibagi dengan berat contoh yang digunakan (2 gram).

7.1.4.6 Kalsium oksida bebas

7.1.4.6.1 Ringkasan metode uji

Metode uji ini adalah uji cara cepat untuk menentukan kalsium oksida bebas dalam terak segar.

Jika dipakai untuk semen atau terak yang telah lama, harus diingat kemungkinan adanya kalsium hidroksida, karena metode ini tidak membedakan antara CaO bebas dan Ca(OH)_2 bebas.

Dua metode uji disediakan. Pertama, metode uji alternatif A adalah modifikasi prosedur franke yang mana kapur bebas dititrasi dengan larutan encer asam perklorat setelah larutan berada dalam pelarut etil asetosetat-isobutyl alkohol.

Kedua, metode uji alternatif B adalah titrasi ammonium asetat-alkohol gliserin terhadap kapur bebas dengan $\text{Sr (NO}_3)_2$ sebagai pemercepat.

7.1.4.6.2 Metode uji modifikasi franke (Metode uji alternatif A)

7.1.4.6.2.1 Peralatan

a) Peralatan refluks

Terdiri dari labu erlenmeyer dengan dasar rata berleher pendek, kapasitas 250 mL.

Kondensor refluks berpendinginan air yang panjangnya minimum 300 mm. Labu dan kondensor refluks dihubungkan dengan penghubung gelas.

Kondensor refluks harus dilengkapi dengan tabung penyerap yang berisi pengering, seperti silika gel, dan bahan untuk memisahkan CO_2 , seperti askarit.

Tabung penyerap dipasang dengan membuat karet pada bagian atas dari kolom refluks.

b) Buret

Kapasitas 10 mL dan skala tidak boleh lebih besar dari 0,05 mL.

c) Peralatan penyaring vakum.

Terdiri dari cawan Gooch berukuran No. 3, kapasitas 25 mL yang di bagian dalamnya diletakkan kertas saring yang sesuai, ukurannya 21 mm, pemegang cawan Walter, labu pengisap 500 mL dan sumber pengisap vakum. Cawan diisi setengahnya dengan bubur kertas yang dipadatkan.

d) Butiran batu didih gelas.

7.1.4.6.2.2 Pelarut-pelarut yang diperlukan

a) Pelarut etil asetoasetat–isobutil alkohol

Tiga bagian volume etil asetoasetat dan 20 bagian volume isobutil alkohol.

b) Indikator timol biru

Larutkan 0,1 gram bubuk indikator timol biru ke dalam 100 mL isobutil alkohol.

c) Larutan baku asam perklorat

- Larutan 22 mL dari asam perklorat (70 – 72) % hingga 1 Liter dengan isobutil alkohol.
- Bakukan larutan ini sebagai berikut: Pijarkan 0,100 0 gram baku primer kalsium karbonat dalam krusibel pada suhu (900 – 1 000) °C.
- Dinginkan krusibel dan isinya dalam desikator dan timbang dengan ketelitian 0,000 1 gram hingga berat tetap.
- Lakukan penimbangan dengan cepat untuk mencegah penyerapan air dan CO₂.
- Pindahkan segera CaO tanpa penggilingan ke dalam labu erlenmeyer bersih dan kering, dan timbang kembali krusibel kosong dengan ketelitian 0,000 1 gram, untuk menentukan jumlah CaO yang ditambahkan. Kemudian ikuti prosedur dimulai dengan "Tambahkan 70 mL etil asetoasetat-isobutil alkohol dst" dari 7.1.4.6.2.3 butir a).
- Hitung kesetaraan CaO terhadap larutan baku asam perklorat dalam gram per miliLiter dengan membagi berat CaO yang digunakan dengan volume asam perklorat yang diperlukan untuk titrasi.

7.1.4.6.2.3 Prosedur

a) Timbang 1,000 gram contoh yang telah dihaluskan dan pindahkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL kering dan bersih.

Tambahkan empat hingga lima batu didih gelas.

Tambahkan 70 mL pelarut etil asetoasetat–isobutil alkohol yang telah dipersiapkan. Aduk labu hingga contoh terdispersi.

CATATAN Ketelitian menghaluskan contoh adalah sangat penting untuk pembebasan butir-butir kapur bebas yang sering terperangkap dalam kristal trikalsium silikat dalam semen. Meskipun demikian, kontak contoh dengan udara harus dijaga sekecil mungkin untuk menghindari karbonasi dari kapur bebas. Khususnya, pernafasan langsung ke dalam contoh harus dihindari. Contoh harus cukup halus hingga mudah lolos ayakan no. 200 (75 µm) tetapi penyaringan tidak dianjurkan. Apabila contoh tidak segera diuji, harus disimpan dalam wadah kedap udara untuk menghindari kontak yang tidak diperlukan dengan udara.

- b) Hubungkan labu dengan refluks kondensor dan perlakukan contoh hingga mendidih. Refluks selama 15 menit.
- c) Pisahkan labu kondensor, sumbat, dan dinginkan segera hingga suhu ruang.
- d) Saring contoh dan larutan dengan menggunakan peralatan vakum. Cuci labu dan residu sedikit demi sedikit (10-15) mL dengan isobutil alkohol hingga volume total larutan pencuci sebanyak 50 mL.
- e) Tambahkan 12 tetes indikator timol biru ke dalam filtrat dan titrasi dengan asam perklorat 0,2 N hingga terjadi perubahan warna dengan jelas.

7.1.4.6.2.4 Perhitungan

Hitung persen kalsium oksida bebas dengan ketelitian 0,1%:

$$\% \text{ CaO bebas} = \frac{EV \times 100}{W}$$

Keterangan:

- E adalah kesetaraan CaO terhadap asam perklorat, gram/mL;
 V adalah miliLiter larutan asam perklorat yang diperlukan oleh contoh;
 W adalah berat contoh, gram.

7.1.4.6.3 Metode uji cepat $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ (metode uji alternatif B)

7.1.4.6.3.1 Pereaksi

a) Larutan baku amonium asetat (1 mL = 0,005 g CaO)

- Siapkan larutan baku ammonium asetat ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$) dengan melarutkan 16 gram amonium asetat (yang telah disimpan sebelumnya dalam desikator) dalam 1 Liter etanol dalam botol tertutup yang kering dan bersih.
- Bakukan larutan ini dengan prosedur yang sama seperti pada 7.1.4.6.3.2 butir a) kecuali penggunaan berikutnya sebagai pengganti contoh, pijarkan hingga berat tetap $\pm 0,1$ gram dari CaCO_3 dengan krusible platina pada suhu $(900 - 1\ 000)^\circ\text{C}$. Dinginkan isinya dalam desikator dan timbang dengan ketelitian 0,000 1 gram.
- Lakukan penimbangan dengan cepat untuk mencegah penyerapan air dan CO_2 . Segera pindahkan CaO tanpa dihaluskan ke dalam labu didih 250 mL (berisi pelarut glyserin-etanol dan $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, dan timbang kembali krusibel kosong untuk menentukan berat CaO dengan ketelitian 0,000 1 gram.
- Lanjutkan sesuai dengan butir 7.1.4.6.3.2 butir a) dan 7.1.4.6.3.2 butir b).
- Hitung kesetaraan CaO terhadap ammonium asetat dalam gram per miliLiter dengan membagi berat CaO yang digunakan dengan volume larutan yang diperlukan.

b) Indikator phenoltphalein

Larutkan 1,0 gram phenolphthalein dalam 100 mL etanol (formula 2 B)

c) Pelarut gliserin – etanol (1 + 2)

- Campurkan 1 bagian volume gliserin dengan 2 bagian volume etanol (formula 2 B).
- Untuk setiap Liter larutan ini, tambahkan 2,0 mL larutan indikator phenolphthalein.

CATATAN Etanol yang telah didenaturalisasi sesuai dengan formula 2 B (99,5% etanol dan 0,5% benzol) adalah lebih baik tetapi dapat digantikan dengan isopropil alkohol grade pereaksi.

d) Strosium nitrat $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, grade pereaksi.

7.1.4.6.3.2 Prosedur

- a) Pindahkan 60 mL pelarut gliserin-etanol ke dalam labu didih dasar rata 250 mL, bersih dan kering.

Tambahkan 2 gram stronsium nitrat anhidrat ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$), dan atur pelarut hingga sedikit bersifat alkali dengan penambahan tetes demi tetes larutan NaOH encer dan segar dalam alkohol hingga terbentuk warna sedikit merah muda.

Timbang 1,000 gram contoh yang telah dihaluskan ke dalam labu, masukkan batang pengaduk magnetik, dan segera hubungkan dengan kondensor pendingin air (memakai gelas penghubung berukuran 24/40).

CATATAN Etanol yang telah didenaturalisasi sesuai dengan formula 2 B (99,5% etanol dan 0,5% benzol) adalah lebih baik tetapi dapat digantikan dengan isopropil alkohol grade pereaksi.

Didihkan larutan dalam labu di atas pelat panas yang berpengaduk magnet selama 20 menit dengan kecepatan pengadukan sedang.

- b) Lepaskan kondensor dan saring isi labu dengan corong buchner polipropilen di bawah penghisap, gunakan labu 250 mL yang mempunyai sisi berbentuk tabung untuk menyaring.

Perlakukan filtrat hingga mendidih dan segera titrasi dengan larutan baku ammonium asetat hingga pada titik akhir titrasi tidak berwarna.

7.1.4.6.3.3 Perhitungan

Hitung persen kalsium oksida bebas dengan ketelitian 0,1% sebagai berikut:

$$\% \text{ CaO bebas} = \text{EV} \times 100$$

Keterangan:

E adalah kesetaraan CaO terhadap larutan ammonium asetat, gram/mL;

V adalah miliLiter larutan ammonium asetat yang diperlukan oleh contoh.

7.2 Metode uji fisika

7.2.1 Bahan pembantu dan peralatan

7.2.1.1 Bahan pembantu

- Suhu kamar pengujian ditetapkan $(23 \pm 1,7) ^\circ\text{C}$, sedangkan kelembaban ruang laboratorium uji lensa nisbi tidak kurang dari 50%.
- Yang dimaksud dengan ruang lembab, ialah ruang dengan lensa nisbi sekitar 95%.
- Bila dalam pengujian dipergunakan air, maka yang dimaksud air adalah aquades.
- Yang dimaksud dengan air dingin, air yang mempunyai suhu ruang.
- Pengukuran jumlah air cukup dilakukan dengan gelas ukur yang mempunyai pembagian skala ukuran 1 mL.
- Penimbangan dengan ketelitian sampai 0,01 gram harus dilakukan dengan timbangan yang kapasitasnya paling tinggi 500 gram.
- Penimbangan dengan ketelitian sampai 10 gram harus dilakukan dengan timbangan yang kapasitasnya paling tinggi 5 000 gram.

7.2.1.2 Peralatan

- a) Ayakan standar ukuran 150 μm (no. 100) dan 850 μm (No. 20)

Kawat kasa untuk ayakan standar harus dibuat dari kuningan, perunggu atau kawat yang cocok. Kawat dipasang dengan kuat pada rangka dengan kedalaman 50 mm dari atas rangka.

Sambungan antara rangka dengan kawat kasa harus diisi dengan solder untuk mencegah adanya semen tertinggal dalam sambungan.

Rangka saringan harus bulat dengan diameter 203 mm yang dilengkapi dengan pan dan penutupnya.

- b) Timbangan

Timbangan analitik mempunyai kapasitas tidak lebih dari 200 gram dengan ketelitian 0,000 1 atau timbangan dengan beban konstan dan dapat dibaca secara langsung. Timbangan harus mampu menghasilkan pembacaan ulang dengan perbedaan tidak lebih dari 0,000 2 gram dan harus mempunyai ketelitian 0,000 2 gram. Timbangan dengan pembacaan langsung harus mempunyai kepekaan tidak lebih dari 0,000 1 gram. Timbangan konvensional dengan 2 pan harus mempunyai perbedaan maksimal 0,000 3 gram jika penimbangan dilakukan dengan penukaran pan.

- c) Batu timbangan

Batu timbangan harus dicek minimal satu kali dalam satu tahun atau jika diperlukan distel kembali minimal dalam toleransi yang diizinkan untuk kelas III. Untuk maksud ini, tiap laboratorium harus dapat memelihara ketelitian atau harus mempunyai batu timbangan standar dari 50 gram sampai 10 mg yang sesuai dengan minimal spesifikasi kelas III dan harus mengkalibrasinya.

- d) Sikat

Sikat yang berbulu lemas diperlukan untuk keperluan membersihkan ayakan 150 μm (No. 100).

7.2.2 Pengujian kehalusan dengan alat blaine dan turbidimeter

7.2.2.1 Dengan alat blaine

Pengujian dengan alat blaine bertujuan menentukan kehalusan yang dinyatakan dalam luas permukaan spesifik semen portland, dihitung sebagai jumlah luas permukaan total cm^2/gram , atau m^2/kg semen portland.

7.2.2.1.1 Peralatan

(1) Alat blaine

Alat blaine pada dasarnya terdiri dari sebuah alat yang menarik sejumlah udara melalui suatu alas semen portland yang disiapkan dengan porositas tertentu, merupakan fungsi dari ukuran partikel dan menentukan laju aliran udara melalui alasnya.

Alat ini ditunjukkan dalam gambar 3 dan terdiri dari bagian-bagian sebagai berikut :

a) Sel permeabilitas

Sel permeabilitas terdiri dari silinder yang kaku dengan diameter dalam $(12,70 \pm 0,10)$ mm dibuat dari logam tahan karat *austenitic*.

i. Bagian dalam dari sel harus halus (kehalusan 0,81 μ m)

Bagian atas dari sel harus tegak lurus terhadap sumbu utama dari sel.

Bagian bawah dari pada sel harus bisa membentuk sambungan yang kedap udara dengan ujung atas dari manometer, sehingga tidak terjadi kebocoran udara antara bidang-bidang kontak.

ii. Dudukan (*ledge*) mempunyai lebar (0,5-1,0) mm merupakan bagian dari sel yang menempel dengan kuat dalam sel, pada jarak (55 ± 10) mm, dari puncak sel untuk menahan piringan logam yang berlubang-lubang.

Bagian puncak sel permeabilitas harus dilengkapi dengan bagian luar yang menonjol, untuk memudahkan pengambilan sel dari manometer.

b) Piringan

i. Piringan dibuat dari logam yang tahan karat dengan ketebalan $(0,9 \pm 0,1)$ mm berlubang-lubang sebanyak (30-40) lubang dengan diameter 1 mm dan tersebar secara merata.

ii. Piringan harus cocok dengan bagian dalam sel, bagian tengah salah satu sisi piringan harus diberi tanda atau goresan yang dapat dibaca, supaya penguji selalu tahu untuk menempelkan sisi tersebut di bagian bawah jika memasukkannya ke dalam sel.

c) Torak

i. Torak dibuat dari logam tahan karat *austenitic* (*austenitic stainless steel*) yang harus tepat masuk ke dalam sel dengan toleransi tidak lebih dari 0,1 mm.

ii. Bagian dasar torak harus betul-betul datar dan tegak lurus terhadap sumbu utama.

iii. Torak harus dilengkapi dengan ventilasi udara yaitu berupa bagian datar selebar $(3,0 \pm 0,3)$ mm pada salah satu sisinya.

iv. Puncak dari torak ini dilengkapi dengan bagian luar yang menonjol, sehingga bila torak dimasukkan ke dalam sel dan bagian sel yang menonjol kontak dengan puncak sel maka jarak antara dasar torak dengan bagian atas piringan harus (15 ± 1) mm.

d) Kertas saring harus mempunyai daya tahan alir udara medium, berbentuk lingkaran dengan tepi yang rata dan mempunyai diameter yang sama dengan diameter bagian dalam dari sel.

g) Alat pencatat waktu

Alat pencatat waktu harus dilengkapi dengan tombol untuk menjalankan dan menghentikan, dan harus dapat dibaca sampai dengan 0,5 detik atau lebih kecil.

Untuk rentang waktu dari 0 detik sampai dengan 60 detik. Pencatat waktu harus mempunyai ketelitian maksimum 0,5 detik, dan untuk rentang waktu antara 60 detik hingga 300 detik harus memiliki ketelitian 1% atau kurang.

(2) Peralatan lainnya.

- a. Corong kecil yang sesuai.
- b. Kuas kecil berbulu halus (No. 7).
- c. Cawan timbang.
- d. Timbangan analitik yang sesuai dengan spesifikasi.

7.2.2.1.2 Kalibrasi alat**7.2.2.1.2.1 Contoh semen standar**

Untuk kalibrasi alat blaine harus menggunakan semen standar dari NIST, *Standard Reference Material* No. 114. Contoh semen harus disesuaikan dulu dengan suhu ruang.

7.2.2.1.2.2 Penentuan volume lapisan semen (*bed*)

Penentuan volume lapisan semen dilakukan dengan cara memindahkan air raksa seperti berikut:

- a) Letakkan dua helai kertas saring yang berbentuk lingkaran di dalam sel diameter sedikit lebih kecil dari sel, sampai semua kertas saring rata pada piringan logam kemudian isi sel dengan air raksa, mutu ACS atau yang lebih baik, untuk menghilangkan gelembung udara yang melekat pada dinding sel.

Gunakan jepitan (tang) waktu membawa sel. Jika sel tersebut dari bahan yang akan menjadi amalgam dengan air raksa, bagian dalam dari sel harus diberi lapisan pelindung oli yang sangat tipis sebelum menambahkan air raksa.

Kemudian isi sel dengan air raksa.

Ratakan permukaan dengan tepi atas sel memakai sebuah pelat kaca yang ditekan perlahan-lahan pada permukaan air raksa, sampai yakin tidak ada gelembung udara atau rongga antara permukaan air raksa dan pelat kaca.

Keluarkan air raksa dari dalam sel, timbang dan catat beratnya.

Keluarkan salah satu kertas saring dari sel, lalu di atas kertas saring yang tertinggal diisi lapisan semen yang dibuat dengan cara memasukkan kurang lebih dari 2,80 gram semen (tidak usah semen standar) lalu letakkan kertas saring yang dikeluarkan tadi di atas semen tersebut.

Kemudian tekan lapisan semen ini dengan torak hingga leher torak kontak dengan permukaan sel.

CATATAN Penyiapan pasta semen harus padat. Jika terlalu gembur atau semen tidak dapat ditekan hingga ke dasar dengan volume yang diinginkan, maka dalam hal ini sesuaikan jumlah semen yang dipakai dalam percobaan tersebut. Ruangan sel yang kosong di atas lapisan semen ini kemudian diisi dengan air raksa, dan diratakan permukaannya seperti cara tersebut di atas. Keluarkan air raksa ini, lalu timbang dan catat beratnya.

- b) Hitung volume alas semen portland sampai ketelitian 0,005 cm³ dengan rumus:

$$V = \frac{W_a - W_b}{D} \dots\dots\dots(1)$$

Keterangan:

- V adalah volume lapisan semen portland, cm³;
 W_a adalah berat air raksa yang diperlukan untuk mengisi sel tanpa lapisan semen portland, gram;
 W_b adalah berat air raksa yang diperlukan untuk mengisi bagian kosong dari sel yang ditempati lapisan semen portland, gram.
 D adalah *density* air raksa pada temperatur pengujian, gram/cm³.

- c) Penentuan volume lapisan semen portland ini harus dilakukan paling sedikit dua kali, dan untuk masing-masing penentuan lapisan semen dipadatkan tersendiri. Harga volume lapisan semen yang digunakan untuk perhitungan rata-rata harus berasal dari dua harga penentuan dengan perbedaan maksimum ± 0,005 cm³. Suhu ruang di sekitar sel harus dicatat pada awal dan akhir percobaan.

7.2.2.1.2.3 Penyiapan contoh

Masukkan contoh semen standar dari ampul ke dalam botol yang volumenya kira-kira 120 cm³ kocok kuat-kuat selama dua menit untuk memecahkan gumpalan-gumpalan. Biarkan botol dalam keadaan berdiri dan tertutup selama dua menit, kemudian buka tutupnya dan aduk pelan-pelan, untuk meratakan partikel yang harus supaya homogen.

7.2.2.1.2.4 Berat contoh standar

Berat contoh standar untuk kalibrasi harus diambil sedemikian rupa sehingga diperoleh suatu lapisan semen standar yang mempunyai porositas sebesar 0,500 ± 0,005 dan dihitung dengan rumus:

$$W = \rho v (1 - e) \dots\dots\dots(2)$$

Keterangan:

- W adalah berat contoh standar yang diperlukan, gram;
 ρ adalah *density* contoh uji semen portland nilai yang dipakai adalah 3,15 Mg/m³ atau 3,15 g/cm³;
 v volume lapisan semen standar yang ditentukan dengan cara yang diuraikan dalam 7.2.2.1.2.2, cm³;
 e adalah porositas lapisan semen standar yang dikehendaki (0,530 ± 0,005).

CATATAN Porositas adalah perbandingan volume rongga dengan volume keseluruhan dalam lapisan semen.

7.2.2.1.2.5 Penyiapan lapisan semen

Letakkan piringan logam pada dasar sel, letakkan sebuah kertas saring di atas piringan logam lalu tekan ke bawah dengan batang yang diameternya sedikit lebih kecil dari diameter sel, sehingga piringan dan kertas saring berada pada kedudukan yang tepat.

Timbang sejumlah semen dengan ketelitian sampai 0,001 gram yang beratnya ditentukan sesuai dengan perhitungan tersebut di atas, pada butir 7.2.2.1.2.4, dan masukkan ke dalam sel.

Ketok pelan-pelan dinding sel bagian luar untuk meratakan lapisan semen di dalamnya. Letakkan selebar kertas saring di atas lapisan semen ini lalu tekan dengan torak sampai leher torak kontak dengan permukaan sel.

Tarik torak sedikit ke atas, putar 90 derajat, tekan kembali kemudian perlahan-lahan torak ditarik ke luar sel.

7.2.2.1.2.6 Penentuan permeabilitas lapisan semen

Setiap kali penetapan permeabilitas lapisan semen harus digunakan kertas saring baru.

- a) Sambungkan sel permeabilitas pada tabung manometer dengan sambungan yang kedap udara sedemikian rupa, hingga tidak mengganggu lapisan semen yang telah disiapkan tadi (CATATAN 1).

CATATAN 1 Oleskan sedikit gemuk pada kran penghubung manometer, tutup salah satu lengan manometer, sedikit dibuka kemudian tutup kembali. Adanya penurunan tekanan terus menerus menunjukkan adanya kebocoran dalam sistem.

- b) Keluarkan perlahan-lahan udara yang ada dalam salah satu tabung manometer hingga cairan manometer mencapai tanda garis atas, kemudian tutup katup rapat-rapat.
- c) Jalankan alat pencatat waktu pada saat bagian bawah miniskus cairan mencapai tanda garis yang kedua dari atas, hentikan pada saat bagian bawah miniskus cairan mencapai tanda garis ketiga. Rekam rentang waktu yang diamati (detik) dan suhu pengujian ($^{\circ}\text{C}$).
- d) Dalam melakukan kalibrasi alat blaine, paling sedikit lakukan tiga kali penetapan waktu alir, dan setiap kali memakai lapisan semen standar yang berbeda. Kalibrasi harus dilakukan oleh penguji yang lama yang melakukan uji kehalusan (CATATAN 2).

CATATAN 2 Contoh dibersihkan dari bulu-bulu kuas dan digunakan kembali, asalkan dijaga dalam keadaan kering dan semua pengujian dilaksanakan dalam waktu 4 jam setelah contoh dibuka.

7.2.2.1.2.7 Kalibrasi ulang

Alat blaine harus dikalibrasi ulang apabila :

- a) Pada rentang waktu tertentu, yang diperlukan untuk koreksi terhadap kemungkinan ausnya torak atau sel permeabilitas.
- b) Terjadi kehilangan cairan di dalam manometer.
- c) Apabila diperlukan jenis dan mutu kertas saring yang lain.

CATATAN Dianjurkan menyiapkan dan menggunakan standar sekunder yang digunakan sebagai standar kehalusan untuk mengkalibrasikan alat diantara kalibrasi dengan contoh semen standar.

7.2.2.1.3 Prosedur

- a) Suhu contoh semen yang diuji harus sama dengan suhu ruang pada waktu pengujian
- b) Berat contoh yang akan diuji harus sama dengan berat semen standar yang untuk kalibrasi seperti diuraikan pada 7.2.2.1.2.4, kecuali waktu menentukan kehalusan semen tipe III atau tipe lain yang lebih halus, yang bobot isinya sangat besar sehingga tekanan dengan ibu jari saja tidak bisa menyebabkan leher torak kontak dengan puncak sel.

Berat contoh yang diperlukan harus sedemikian rupa sehingga lapisan contoh semen mempunyai porositas $0,530 \pm 0,005$.

- c) Persiapan lapisan semen

Persiapan semen sesuai dengan 7.2.2.1.2.2.

- d) Pengujian permeabilitas

Pengujian permeabilitas sesuai dengan 7.2.2.1.2.6 kecuali dalam penetapan waktu alir hanya satu kali.

7.2.2.1.4 Perhitungan luas muka spesifik

- a) Luas muka spesifik dihitung dengan rumus-rumus sebagai berikut :

$$S = \frac{S_s \sqrt{T}}{\sqrt{T_s}} \dots\dots\dots (3)$$

$$S = \frac{S_s \sqrt{\eta_s} \sqrt{T}}{\sqrt{T_s} \sqrt{\eta}} \dots\dots\dots (4)$$

$$S = \frac{S_s (b - e_s) \sqrt{e^3} \sqrt{\eta_s} \sqrt{T}}{\sqrt{e_s^3} \sqrt{T_s} (b - e)} \dots\dots\dots (5)$$

$$S = \frac{S_s (b - e_s) \sqrt{e^3} \sqrt{\eta_s} \sqrt{T}}{\sqrt{e_s^3} \sqrt{T_s} \sqrt{\eta} (b - e)} \dots\dots\dots (6)$$

$$S = \frac{S_s \rho_s (b - e_s) \sqrt{e^3} \sqrt{T}}{\rho (b - e) \sqrt{e_s^3} \sqrt{T_s}} \dots\dots\dots (7)$$

$$S = \frac{S_s \rho_s (b - e_s) \sqrt{\eta_s} \sqrt{e^3} \sqrt{T}}{\rho (b - e) \sqrt{e_s^3} \sqrt{T_s} \sqrt{\eta}} \dots\dots\dots (8)$$

Keterangan:

S adalah luas permukaan spesifik contoh semen yang diuji, cm²/gram;

S_s adalah luas permukaan spesifik contoh semen standar yang dipakai dalam kalibrasi, cm²/gram;

T adalah rentang waktu dari penurunan tekanan dalam manometer untuk contoh semen portland yang diuji, detik;

T_s adalah rentang waktu dari penurunan tekanan dalam manometer untuk contoh semen standar yang dipakai dalam kalibrasi, detik;

η adalah viskositas udara pada suhu pengujian contoh semen yang diuji, poise;

η_s adalah viskositas udara pada suhu pengujian contoh semen standar yang dipakai untuk kalibrasi, poise;

e adalah porositas lapisan contoh semen yang diuji;

e_s adalah porositas lapisan contoh semen standar yang dipakai dalam kalibrasi;

ρ adalah density contoh semen standar yang diuji (nilainya ditetapkan 3,15);

ρ_s adalah density contoh semen standar yang dipakai dalam kalibrasi (dianggap 3,15 mg/m³ atau 3,15 gram/cm³);

b adalah konstanta (untuk semen portland 0,9).

CATATAN Nilai $\sqrt{\eta}$, $\sqrt{e^3}$ dan \sqrt{T} masing-masing diperoleh dari Tabel 9, 10, dan 11.

1. Persamaan (3) dan persamaan (4) digunakan untuk menghitung kehalusan contoh semen portland yang dimampatkan hingga mencapai porositas yang sama dengan contoh semen standar yang dipakai untuk kalibrasi.
Persamaan (3) digunakan kalau suhu percobaan berbeda maksimum 3°C dari pada suhu percobaan kalibrasi dan persamaan (4) kalau suhu percobaan berbeda lebih dari 3°C dengan suhu percobaan kalibrasi.
 2. Persamaan (5) dan persamaan (6) digunakan untuk menghitung kehalusan contoh semen portland yang dimampatkan hingga mencapai porositas yang berbeda dengan contoh semen standar yang dipakai untuk kalibrasi.
Persamaan (5) digunakan apabila perbedaan suhu di dalam percobaan kalibrasi maksimum 3°C dan persamaan (6) digunakan bila suhu percobaan kalibrasi berbeda lebih dari 3°C.
 3. Persamaan (7) dan persamaan (8) digunakan untuk menghitung kehalusan bahan-bahan selain dari semen portland. Persamaan (7) digunakan kalau suhu percobaan berbeda $\pm 3^\circ\text{C}$ dari pada suhu percobaan kalibrasi dan persamaan (8) digunakan kalau suhu percobaan berbeda lebih dari 3°C dengan suhu percobaan kalibrasi.
- b) Untuk menghitung luas permukaan spesifik dalam satuan m^2/kg , kalikan luas permukaan dalam cm^2/gram dengan faktor 0,1.
- c) Bulatkan harga dalam cm^2/gram sampai perpuluhan terdekat sedangkan untuk m^2/kg dibulatkan persatuan terdekat.

CONTOH 3 447 cm^2/gram dibulatkan menjadi 3 450 cm^2/gram atau 345 m^2/kg .

7.2.2.1.5 Laporan

- a) Untuk semen dan material dengan dasar semen, penentuan cukup satu kali.
- b) Untuk setiap material dengan kehalusan tinggi dengan selang waktu yang lama, laporkan harga rata-rata kehalusan dari dua pengujian permeabilitas dengan catatan perbedaannya tidak lebih dari 2%. Apabila perbedaannya di luar ketentuan di atas, dilakukan pengujian ulang sampai harga perbedaan memenuhi ketentuan.

Tabel 9 – Berat jenis air raksa, viskositas udara (η) dan $\sqrt{\eta}$ pada suhu tertentu

Suhu ruang (° C)	Berat jenis air raksa (Mg/m ³)	Viskositas udara, η (μ Pa.s)	$\sqrt{\eta}$
18	13,55	17,98	4,24
20	13,55	18,08	4,25
22	13,54	18,18	4,26
24	13,54	18,28	4,28
26	13,53	18,37	4,29
28	13,53	18,47	4,30
30	13,52	18,57	4,31
32	13,52	18,67	4,32
34	13,51	18,76	4,33

Tabel 10 – Nilai-nilai porositas lapisan semen

Porositas lapisan semen E	$\sqrt{e^3}$
0,496	0,349
0,497	0,350
0,498	0,351
0,499	0,352
0,500	0,354
0,501	0,355
0,502	0,356
0,503	0,357
0,504	0,358
0,505	0,359
0,506	0,360
0,507	0,361
0,508	0,362
0,509	0,363
0,510	0,364
0,525	0,380
0,526	0,381
0,527	0,383
0,528	0,384
0,529	0,385
0,530	0,386
0,531	0,387
0,532	0,388
0,533	0,389
0,534	0,390
0,535	0,391

Tabel 11 – Rentang waktu alir udara

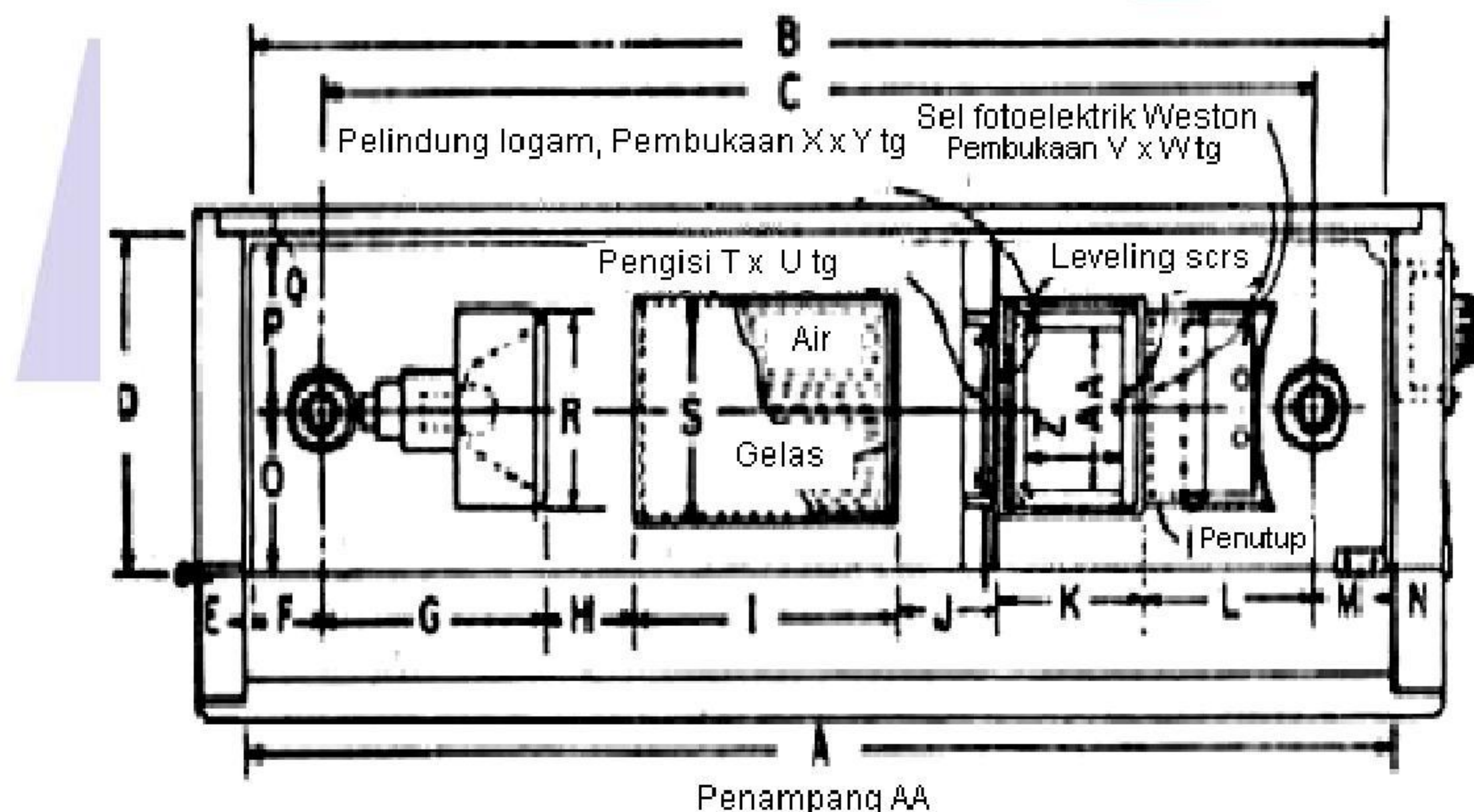
T	\sqrt{T}	T	\sqrt{T}	T	\sqrt{T}	T	\sqrt{T}	T	\sqrt{T}	T	\sqrt{T}
26	5,10	51	7,14	76	8,72	101	10,05	151	12,29	201	14,18
26,5	5,15	51,5	7,18	76,5	8,75	102	10,10	152	12,33	202	14,21
27	5,20	52	7,21	77	8,77	103	10,15	153	12,37	203	14,25
27,5	5,24	52,5	7,25	77,5	8,80	104	10,20	154	12,41	204	14,28
28	5,29	53	7,28	78	8,83	105	10,25	155	12,45	205	14,32
28,5	5,34	53,5	7,31	78,5	8,86	106	10,30	156	12,49	206	14,35
29	5,39	54	7,35	79	8,89	107	10,34	157	12,53	207	14,39
29,5	5,43	54,5	7,38	79,5	8,92	108	10,39	158	12,57	208	14,42
30	5,48	55	7,42	80	8,94	109	10,44	159	12,61	209	14,46
30,5	5,52	55,5	7,45	80,5	8,97	110	10,49	160	12,65	210	14,49
31	5,57	56	7,48	81	9,00	111	10,54	161	12,69	211	14,53
31,5	5,61	56,5	7,52	81,5	9,03	112	10,58	162	12,73	212	14,56
32	5,66	57	7,55	82	9,06	113	10,63	163	12,77	213	14,59
32,5	5,70	57,5	7,58	82,5	9,08	114	10,68	164	12,81	214	14,63
33	5,74	58	7,62	83	9,11	115	10,72	165	12,85	215	14,66
33,5	5,79	58,5	7,65	83,5	9,14	116	10,77	166	12,88	216	14,70
34	5,83	59	7,68	84	9,17	117	10,82	167	12,92	217	14,73
34,5	5,87	59,5	7,71	84,5	9,19	118	10,86	168	12,96	218	14,76
35	5,92	60	7,75	85	9,22	119	10,91	169	13,00	219	14,80
35,5	5,96	60,5	7,78	85,5	9,25	120	10,95	170	13,04	220	14,83
36	6,00	61	7,81	86	9,27	121	11,00	171	13,08	222	14,90
36,5	6,04	61,5	7,84	86,5	9,30	122	11,05	172	13,11	224	14,97
37	6,08	62	7,87	87	9,33	123	11,09	173	13,15	226	15,03
37,5	6,12	62,5	7,91	87,5	9,36	124	11,14	174	13,19	228	15,10
38	6,16	63	7,94	88	9,38	125	11,18	175	13,23	230	15,17
38,5	6,20	63,5	7,97	88,5	9,41	126	11,22	176	13,27	232	15,23
39	6,24	64	8,00	89	9,43	127	11,27	177	13,30	234	15,30
39,5	6,28	64,5	8,03	89,5	9,46	128	11,31	178	13,34	236	15,36
40	6,32	65	8,06	90	9,49	129	11,36	179	13,38	238	15,43
40,5	6,36	65,5	8,09	90,5	9,51	130	11,40	180	13,42	240	15,49
41	6,40	66	8,12	91	9,54	131	11,45	181	13,45	242	15,56
41,5	6,44	66,5	8,15	91,5	9,57	132	11,49	182	13,49	244	15,62
42	6,48	67	8,19	92	9,59	133	11,53	183	13,53	246	15,68
42,5	6,52	67,5	8,22	92,5	9,62	134	11,58	184	13,56	248	15,73
43	6,56	68	8,25	93	9,64	135	11,62	185	13,60	250	15,81
43,5	6,60	68,5	8,28	93,5	9,67	136	11,66	186	13,64	252	15,87
44	6,63	69	8,31	94	9,70	137	11,70	187	13,67	254	15,94
44,5	6,67	69,5	8,34	94,5	9,72	138	11,75	188	13,71	256	16,00
45	6,71	70	8,37	95	9,75	139	11,79	189	13,75	258	16,06
45,5	6,75	70,5	8,40	95,5	9,77	140	11,83	190	13,78	260	16,12
46	6,78	71	8,43	96	9,80	141	11,87	191	13,82	262	16,19
46,5	6,82	71,5	8,46	96,5	9,82	142	11,92	192	13,86	264	16,25
47	6,86	72	8,49	97	9,85	143	11,96	193	13,89	266	16,31
47,5	6,89	72,5	8,51	97,5	9,87	144	12,00	194	13,93	268	16,37
48	6,93	73	8,54	98	9,90	145	12,04	195	13,96	270	16,43
48,5	6,96	73,5	8,57	98,5	9,92	146	12,08	196	14,00	272	16,49
49	7,00	74	8,60	99	9,95	147	12,12	197	14,04	274	16,55
49,5	7,04	74,5	8,63	99,5	9,97	148	12,17	198	14,07	276	16,61
50	7,07	75	8,66	100	10,00	149	12,21	199	14,11	278	16,67
50,5	7,11	75,5	8,68	100,5	10,02	150	12,25	200	14,14	280	16,73

7.2.2.2 Dengan turbidimeter

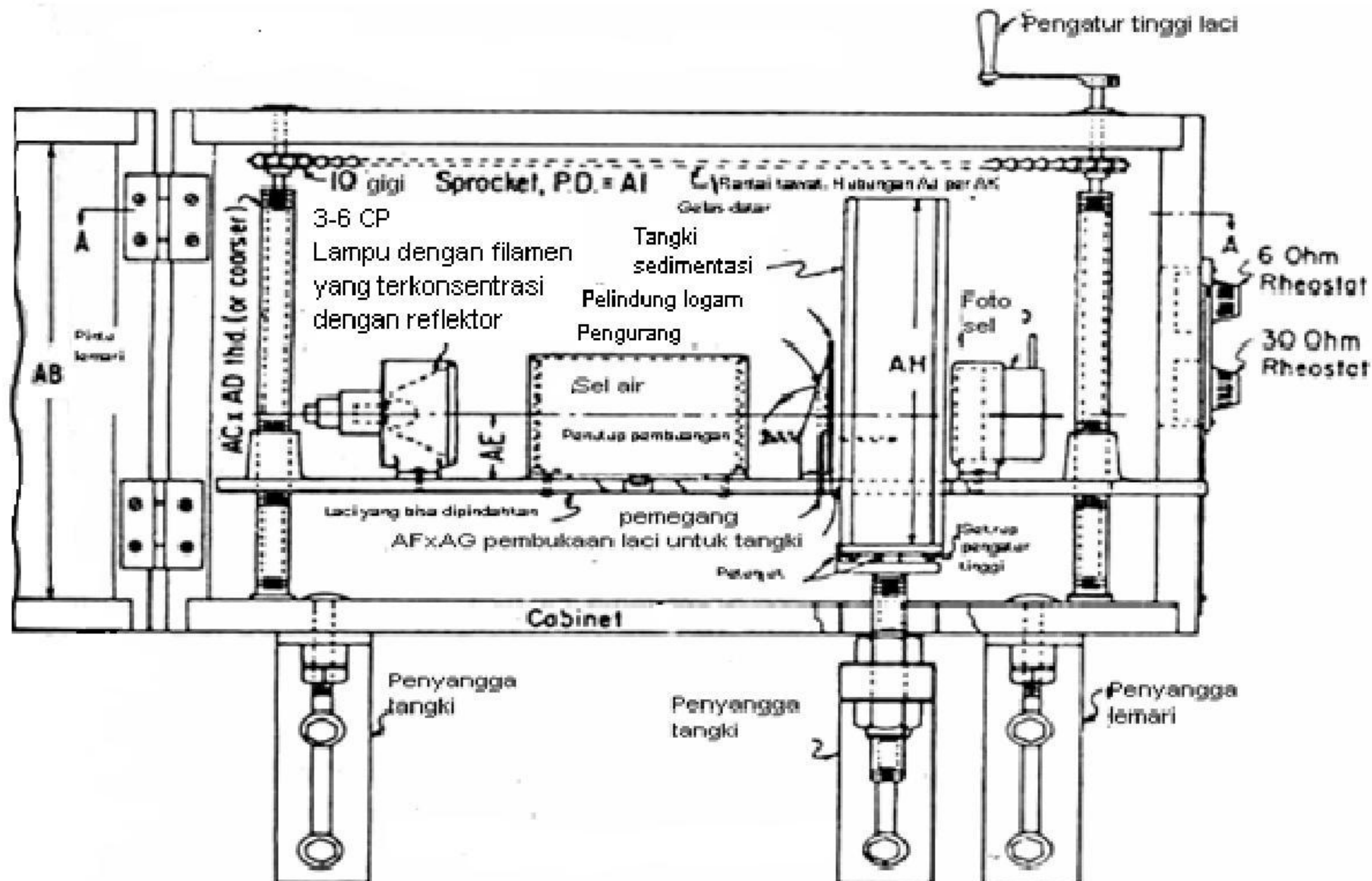
7.2.2.2.1 Peralatan

7.2.2.2.1.1 Peralatan standar

Turbidimeter *Wagner* yang utama terdiri dari sumber cahaya yang dipertahankan pada intensitas tetap dan diatur sedemikian rupa sehingga berkas sinar yang paralel lewat melalui suspensi semen yang diuji dan mengenai pelat photoelektrik yang sensitif. Arus listrik yang dihasilkan oleh sel diukur oleh mikroameter dan pembacaan yang di indikasikan merupakan suatu ukuran dari kekeruhan suspensi. Perkiraan utama mengindikasikan bahwa kekeruhan merupakan suatu peralihan pengukuran luas permukaan dari contoh semen yang disuspensikan. Peralatan harus terdiri dari bagian-bagian spesifik yang diterangkan pada 7.2.2.2.1.2 sampai dengan 7.2.2.2.1.7 dan harus disusun sesuai dengan disain yang lengkap dan persyaratan dimensi seperti dalam Gambar 4 sampai dengan Gambar 7 dan Tabel 12, kecuali untuk yang terbuat dari kayu atau logam.

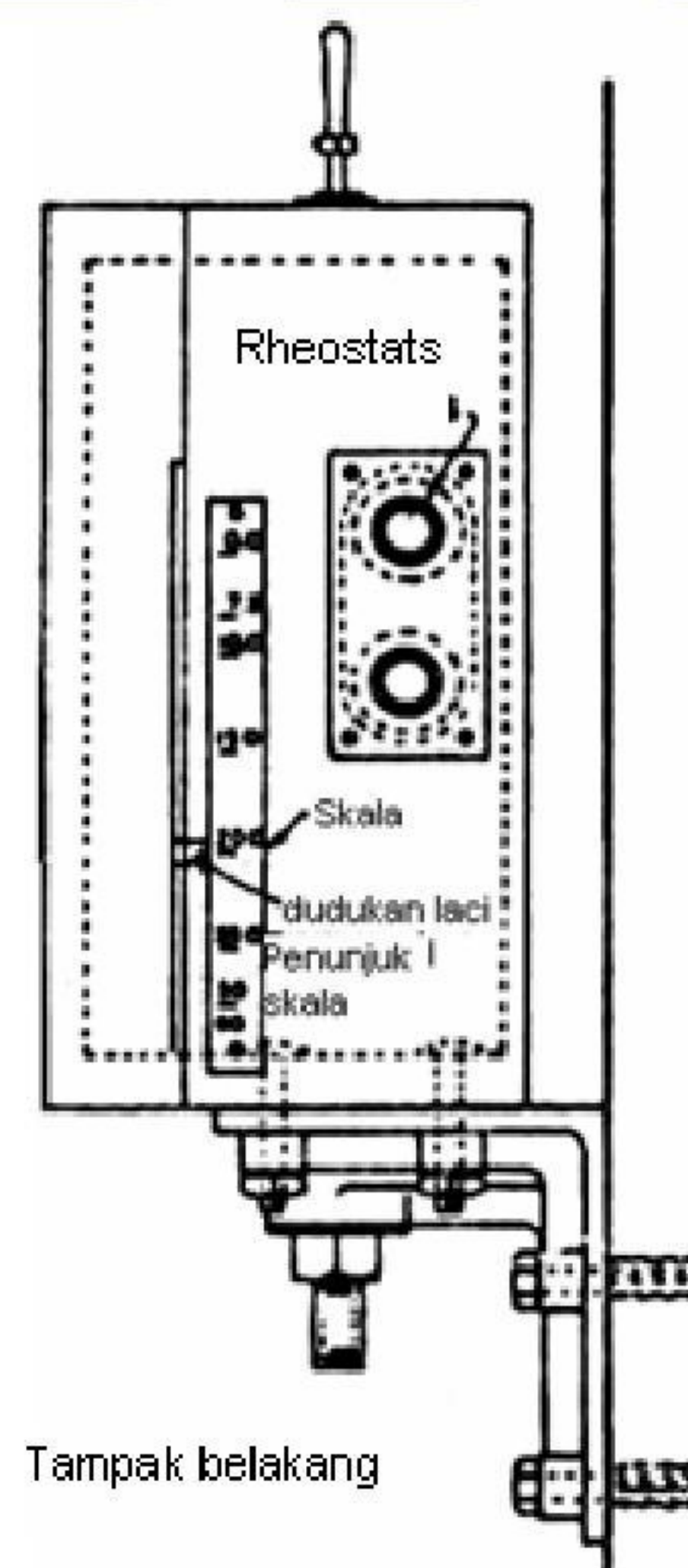


Gambar 4a – Alat turbidimeter tampak depan dengan pintu terbuka

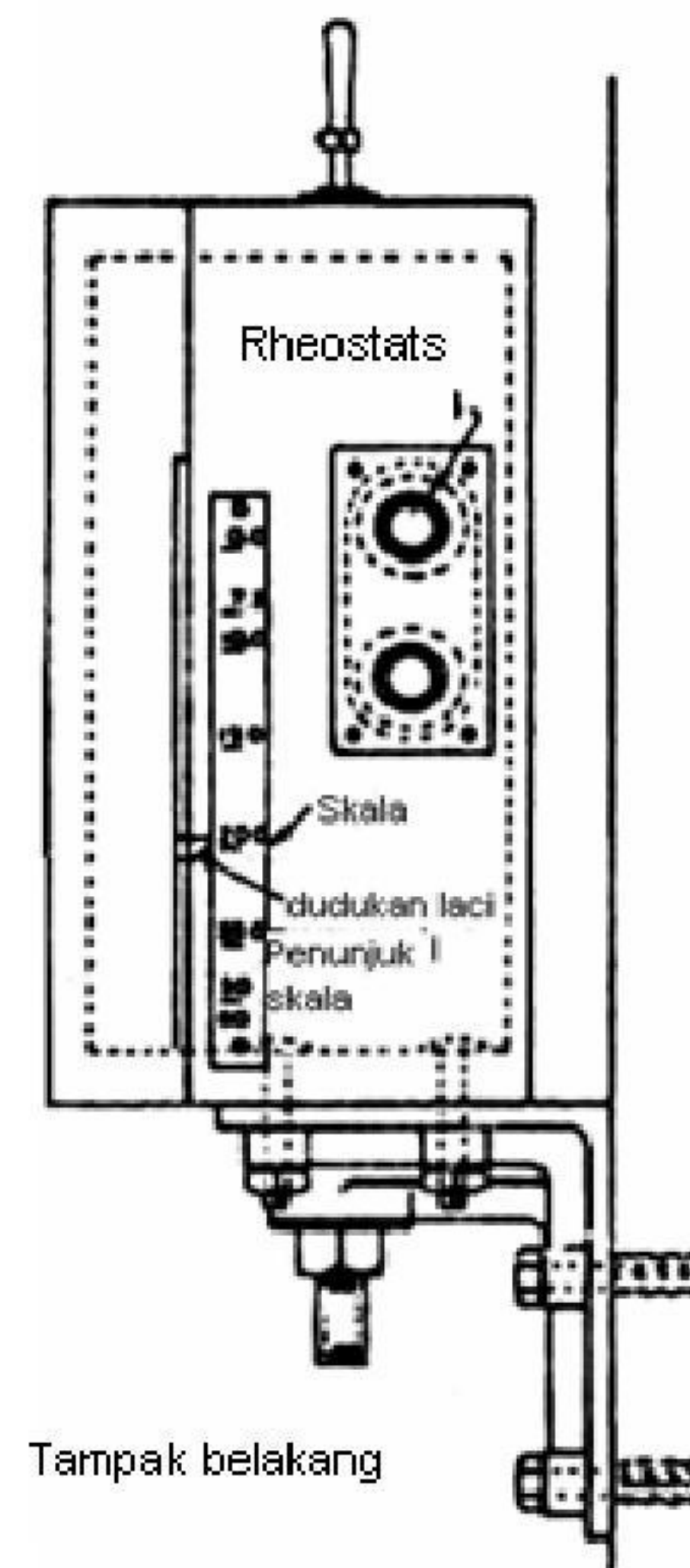


CATATAN Bagian luar laci dan bagian dalam lemari harus dicat hitam

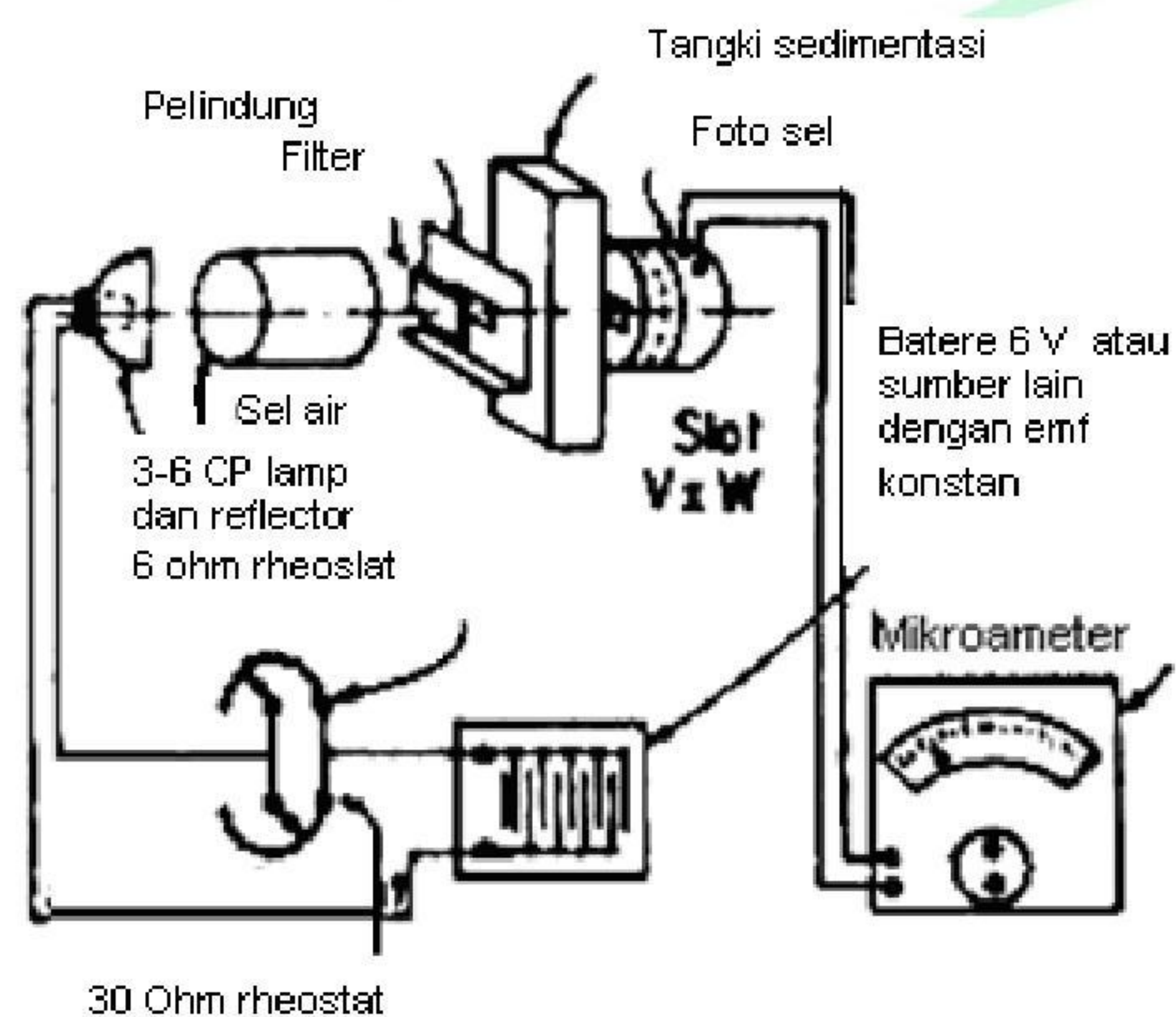
Gambar 4b – Alat turbidimeter tampak depan dengan pintu terbuka



Gambar 5 – Turbidimeter tampak belakang



Gambar 6 – Buret waktu



Gambar 7 – Sistem listrik turbidimeter

Tabel 12 – Dimensi peralatan turbidimeter

Satuan dalam milimeter

Keterangan gambar	Dimensi
A	445
B	438
C	381
D	105
E	3,0
F	28,6
G	85,7
H	33,3
I	102
J	39,7
K	55,6
L	65,1
M	28,6
N	3,0
O	51
P	51
Q	3,0
R	61,1
S	69,8
T	51
U	22,2
V	34,9
W	13
X	38
Y	15,9
Z	38 ± 0,76
AA	51 ± 2,5
AB	267
AC
AD
E	39,7
AF	55,6
AG	66,7
AH	203
AI	23,6
AJ	1,38 ^A
AK	cm ^A
CATATAN ^A Angka tersebut merupakan angka sebenarnya yang merupakan bagian dari tujuan dan angka yang menghubungkan bagian-bagian; secara konsekuen tidak berhubungan dengan judul kolom.	

7.2.2.2.1.2 Turbidimeter

Dipasang dalam suatu kotak kayu atau logam dengan kelengkapan sebagai berikut:

a) Sumber cahaya

Sumber cahaya dalam Gambar 4b terdiri dari lampu elektrik dengan filamen yang dikonsentrasikan antara (3-6) *candela* yang dioperasikan oleh suatu sumber dengan emf yang konstan. Lampu harus dipasang dengan kuat dalam soket. Reflektor logam yang berbentuk parabola yang bersih dan mengkilat harus dipasangkan secara kuat di seberang lampu, difokuskan sedemikian rupa sehingga kira-kira berkas sinar paralel dari cahaya akan melewati tangki sedimentasi dan mengenai sel fotoelektrik. Intensitas cahaya harus diatur dengan menggunakan dua reostat kira-kira 6 ohm dan 30 ohm dan reostat tersebut harus memiliki karakteristik tertentu dimana perubahan yang seragam dalam intensitas cahaya besar diperoleh melalui julat (*range*) penuh dari tahanan. Reostat harus dipasang secara paralel satu dengan yang lain dan seri dengan lampu.

b) Peralatan penyerap panas

Cahaya harus melewati suatu peralatan menyerap panas sebelum memasuki tangki sedimentasi sepanjang radiasi panas dari berkas cahaya harus diserap, peralatan tersebut bisa berupa:

- i. sel air atau;
- ii. filter gelas khusus penyerap panas.

Sel air harus dibuat dari pipa kuningan tanpa kampuh yang memiliki diameter luar 76 mm, ketebalan dinding 3 mm dan panjang 102 mm dengan jendela kaca yang direkatkan di ujungnya. Sel harus mempunyai sebuah lubang untuk pengisian air destilasi. Lubang harus ditutup dengan sumbat dari logam. Sel pada saat dipasang pada kedudukan yang bisa bergerak mempunyai penutup baik pada posisi di atas atau di bawah. Peralatan penyerap panas harus disusun sedemikian rupa sehingga semua berkas cahaya dari lampu memasuki tangki sedimentasi melewati peralatan penyerap panas.

c) Alat untuk penghambat

Kaca untuk untuk pengurang cahaya harus disediakan untuk mengurangi intensitas cahaya dari 100 μA hingga 20 μA sampai 30 μA . Intensitas cahaya harus dikurangi secara seragam di seluruh bagian sel yang dikenai sinar/cahaya selama pengujian. Alat penghambat harus dipasang dalam suatu bingkai yang bisa diayunkan ke luar dari lintasan cahaya dengan menggunakan suatu pemegang.

d) Tangki sedimentasi

Tangki sedimentasi harus berupa:

- i. Pelat kaca (5– 6) mm atau gelas boro silikat yang disemen atau direkat bersamaan untuk membentuk suatu tangki persegi atau;
- ii. Tangki kaca yang dicetak yang memiliki dinding ketebalan kira-kira 5 mm dengan permukaan datar.

Dimensi dalam tangki harus mempunyai panjang 51 mm lebar 38 mm dan tinggi 203 mm. Variasi yang dibolehkan untuk dimensi dalam tangki adalah panjang $\pm 2,5$ mm dan lebar $\pm 0,76$ mm. Muka tangki 51 mm harus memiliki jarak yang sama 0,25 mm pada semua titik. Tanda harus ditempatkan pada sisi dari tangki untuk menandakan isi volume 335 mL yang merupakan batas isi tangki selama pengujian. Tangki yang diisi dengan minyak tanah jernih sampai tanda dan ditempatkan pada sinar cahaya turbidimeter, akan menghasilkan pembacaan mikroameter yang seragam $\pm 0,1 \mu A$, untuk seluruh bagian tangki yang dapat digunakan.

e) Sel fotoelektrik

Peralatan yang digunakan untuk mengukur intensitas cahaya harus berupa sel foto elektrik yang sensitif yang dihubungkan secara langsung dengan mikroameter. Penutup dengan slot horizontal dengan tinggi 13 mm, lebar 35 mm harus dipasang di atas sel foto elektrik. Bagian depan dari penutup harus berada (25 ± 1) mm di depan muka sel. Muka sel harus paralel terhadap muka tangki dengan jarak 0,5 mm.

f) Pelindung

Pelindung logam menggunakan slot dengan tinggi 16 mm, lebar 38 mm. Harus ditempatkan antara alat penyerap panas dan tangki sedimentasi.

g) Alat pengangkat

Sumber cahaya, alat penyerap panas, sel fotoelektrik, saringan penghambat dan pelindung harus dirangkai pada suatu kedudukan yang bisa bergerak yang dapat di tinggikan atau di rendahkan oleh dua sekrup yang saling berhubungan dan bisa diatur secara akurat diatur sehingga kekeruhan dari suspensi dapat ditentukan pada kedalaman yang diinginkan. Pusat sumber cahaya, peralatan penyerap panas, fotosel, pusat slot dari pelindung logam, dan penutup harus berada dalam satu garis lurus yang paralel terhadap kedudukan. Tangki sedimentasi harus pasang di atas suatu landasan yang tidak dipengaruhi tempat peralatan sehingga tangki dapat bebas dari getaran yang disebabkan oleh pergerakan kedudukan. Dudukan harus berada pada level semua titik peningkatan dan tangki harus normal terhadap kedudukan. Jarak antara tangki dan permukaan pembukaan kedudukan tidak boleh bervariasi lebih dari 0,4 mm antara posisi "30 – 50" dan "0". Level dari berkas cahaya dengan referensi terhadap permukaan larutan di indikasikan oleh suatu petunjuk yang akan bergerak sepanjang skala yang dipasang pada kotak. Titik 0 dari skala menunjukkan posisi dimana garis pusat dari lubang untuk berkas cahaya lampu berada pada ketinggian yang sama dengan permukaan cairan dalam tangki pada saat diisi sampai batas 335 mL. Garis-garis pada skala ditandai dengan 7,5; 10; 15; 20; 25; dan 30 sampai 50 menunjukkan angka kedalaman suspensi, h, dalam Tabel 13. Skala pada saat dibandingkan dengan suatu skala standar dengan ketelitian 0,1 mm pada semua titik tidak boleh menunjukkan suatu simpangan pada titik manapun lebih besar dari 0,25 mm dan mengindikasikan posisi dimana penunjuk dilokasikan pada saat pembacaan kekeruhan untuk nilai h diambil. Interior dari lemari turbidimeter dan permukaan kedudukan bagian luar, reflektor parabola, peralatan penyerap panas, pelindung, penutup sel fotoelektrik harus dicat dengan menggunakan warna hitam pekat.

CATATAN Persyaratan penandaan 0-50 pada skala digunakan hanya untuk turbidimeter baru dan tidak untuk peralatan yang digunakan yang memenuhi persyaratan lain dari metode ini.

7.2.2.2.1.3 Mikroameter

- a) Mikroameter jenis D'Arsonval memiliki julat 0 μA – 50 μA dan harus dapat dibaca sampai 0,1 μA . Mikroammeter baru harus akurat sampai $\pm 0,5\%$ dari nilai skala penuh untuk bagian nilai dari skala pada bagian skala pada 25°C. Untuk mikroameter yang sudah digunakan ketelitiannya harus sama dengan instrumen baru kecuali ketelitian pada 40 μA dan 50 μA harus $\pm 1\%$ dari skala penuh. Tahanan dalam dari mikroameter berada antara 50 ohm dan 150 ohm. Mikroameter tidak boleh dipasang pada suatu permukaan kerja yang mengandung atau terdiri dari besi atau baja, atau dekat dengan pengaruh magnet.
- b) Mikroameter digital

CATATAN Suatu peralatan dengan julat 199,9 μA bisa digunakan dan memungkinkan operator membaca lo teoritis secara langsung tanpa menggunakan peralatan tambahan. Tahanan dalam yang tinggi dari mikroameter digital tidak boleh mempengaruhi kelinieran pembacaan pada tingkat intensitas sinar yang ditemui pada penentuan kehalusan dengan menggunakan turbidimeter wagner.

7.2.2.2.1.4 Sumber arus

Aki mobil 6V dan batere lampu darurat atau sumber emf bisa digunakan sebagai sumber arus.

7.2.2.2.1.5 Ayakan

Ayakan harus memenuhi persyaratan yang ada pada metode uji ASTM C 430-08, *Standard Test Method for Fineness of Hydraulic Cement by the 45- μm (No 325) Sieve*.

7.2.2.2.1.6 Peralatan pengaduk

Peralatan pengaduk harus terdiri dari:

- a) Sikat silinder, dengan diameter 19 mm dan panjang kira-kira 45 mm dengan ujung kira-kira dipasang sekeliling dasar tabung penguji dengan diameter 22 mm.
- b) Peralatan pengaduk lain yang sama efisiennya dalam mendispersi yang diukur dengan menggunakan penentuan permukaan spesifik untuk suatu contoh standar. Peralatan pengaduk harus berputar pada kecepatan kira-kira 3 500 putaran/menit.

7.2.2.2.1.7 Buret waktu

Waktu pengendapan partikel dengan ukuran yang berbeda dapat diperoleh dengan menggunakan suatu buret yang diisi dengan minyak tanah. Buret harus terdiri dari suatu tabung kaca dengan pipa kapiler di ujung bawahnya. Bagian atas dari buret harus besar berfungsi sebagai corong untuk memasukkan minyak tanah ke dalam tabung. Buret harus memenuhi dimensi tertentu yang diberikan pada Tabel 14. Garis-garis pada buret harus bulat (melingkar). Saringan kawat 45 μm (No. 325) dapat digunakan dengan buret dan buret harus ditutup pada saat tidak digunakan.

7.2.2.2.1.8 Timbangan

Harus memenuhi persyaratan yang ada pada 7.2.1.2 butir b).

Tabel 13 – Nilai h , d dan h/d^2 yang digunakan pada kalibrasi peralatan turbidimeter

Diameter partikel, d (μm)	Suspensi depth, h (cm)	h/d^2
50	15	0,006 00
45	15	0,007 41
40	15	0,009 38
35	15	0,012 24
30	15	0,016 67
25	13,1	0,0210
20	10	0,0250
15	6,6	0,0293
10	3,3	0,0330
7,5	2,1	0,0373

Tabel 14 – Dimensi buret

Uraian	Dimensi, cm	Variasi yang diijinkan, cm
Panjang tabung (besar)	38	± 4
Diameter bagian dalam tabung (besar)	1,9	$\pm 0,2$
Panjang kapiler	17,5	$\pm 2,5$
Diameter kapiler	0,09	$\pm 0,005$
Tanda 0 pada bagian atas buret	7	± 1

7.2.2.2.2 Bahan

Cairan pensuspensi

Minyak tanah jernih dapat digunakan untuk peralatan turbidimeter. Minyak tanah tidak boleh digunakan ulang.

7.2.2.2.3 Benda uji

Ukuran dari contoh uji

Pilih ukuran dari contoh semen untuk pengujian sehingga pembacaan mikroameter awal berada antara 12 μA sampai 20 μA .

CATATAN Perkiraan berikut ini akan membantu secara cepat dalam pemilihan ukuran contoh: 0,25 gram untuk kehalusan semen normal dan 0,2 gram untuk kehalusan semen tinggi.

7.2.2.2.4 Kalibrasi turbidimeter

Kalibrasi peralatan turbidimeter berdasarkan prosedur di bawah ini:

7.2.2.2.4.1 Kalibrasi buret

Untuk kalibrasi skala buret, gunakan minyak tanah yang kekentalan dan berat jenisnya diketahui pada temperatur dimana kalibrasi dikerjakan. Berat jenis dan kekentalan dari minyak tanah harus ditentukan. Hitung waktu alir dari buret yang berhubungan dengan waktu pengendapan untuk ukuran partikel yang berbeda dengan menggunakan persamaan berikut:

$$t = [1\,837\,000\eta/(\rho_1 - \rho_2)] \times (h/d^2)$$

Keterangan:

- t adalah waktu pengendapan atau waktu alir dalam detik;
 - η adalah kekentalan dari minyak tanah pada temperatur kalibrasi, p;
 - ρ_1 adalah berat jenis partikel semen (gram/cm^3) = 3,15 untuk semen portland (CATATAN 1);
 - ρ_2 adalah berat jenis minyak tanah pada temperatur kalibrasi, Mg/m^3 ;
 - h adalah kedalaman suspensi terhadap tingkat cahaya dalam cm;
 - d adalah diameter partikel, μm .
- Angka h/d^2 diberikan pada Tabel Nilai h, d dan h/d^2 yang digunakan pada kalibrasi peralatan Turbidimeter (Tabel 13).

Isi buret dengan minyak tanah pada temperatur kalibrasi, mulai penghitungan waktu segera setelah minyak tanah dalam buret melewati titik nol, dan beri tanda pada buret untuk level yang dicapai dengan penurunan minyak tanah untuk setiap interval waktu, t, yang dihitung seperti yang dijelaskan di atas. Untuk tanda-tanda tersebut, beri garis permanen dan nomor pada buret mengindikasikan diameter yang berhubungan (CATATAN 2). Konstruksi dan pembagian buret harus dibuat sedemikian rupa dimana pada temperatur kalibrasi waktu yang dibutuhkan untuk minyak tanah melewati garis pada buret sesuai dengan waktu pengendapan yang dihitung di dalam 1%, kecuali untuk variasi yang diperbolehkan tidak boleh kurang dari 1 detik.

CATATAN 1 Berat jenis dari semen portland tidak boleh bervariasi terlalu besar dan untuk pengerjaan ini diperkirakan memiliki nilai yang tetap 3,15. Variasi 0,15 dari nilai ini pada saat digantikan dengan menggunakan hukum *Stoke* memberikan suatu variasi 2,5% untuk diameter partikel yang diukur.

CATATAN 2 Dengan menggunakan buret yang dikalibrasi, peralatan dapat digunakan di dalam julat normal dari temperatur ruang tanpa koreksi lebih lanjut, perubahan laju aliran minyak tanah dari buret secara otomatis mengkompensasi perubahan kekentalan dari suspensi. Temperatur suspensi dan minyak tanah dalam buret harus dipertahankan sama dalam $0,5^\circ\text{C}$. Kondisi ini akan ada jika penyediaan minyak tanah dipertahankan pada ruangan yang sama dengan peralatan. Hal ini perlu diyakinkan bahwa hanya minyak tanah jernih yang digunakan di dalam buret, dan sebagai tambahan pipa kapiler harus diperiksa dengan sering untuk menyakinkan tidak ada potongan kain kasa atau bahan lain yang menyumbat di dalamnya.

7.2.2.2.4.2 Kalibrasi ayakan 45 μm (No. 325)

Kalibrasi harus dibuat dengan menggunakan metode ASTM C 430-08, *Standard Test Method for Fineness of Hydraulic Cement by the 45- μm (No 325) Sieve*, yang didasarkan pada pembetulan persentase ayakan pada perbedaan antara pengujian sisa yang diperoleh dengan nilai sisa yang dihasilkan yang diindikasikan oleh ayakan lembaran yang dibentuk secara elektronik kehalusan dispesifikasikan untuk contoh standar, yang dinyatakan dalam persentase dari sisa uji.

7.2.2.2.4.3 Penetapan intensitas cahaya yang tepat, I_r

- a) Isi tangki sedimentasi sampai tanda batas dengan minyak tanah jernih.
- b) Untuk turbidimeter yang dilengkapi dengan mikroameter digital dengan julat 199,9 μA , tempatkan tangki sedimentasi yang mengandung minyak tanah jernih di atas penyangga tangki dalam turbidimeter. Atur intensitas cahaya sehingga mikroammeter membaca 100,00 μA . Atur kembali intensitas cahaya sampai diperoleh kesetimbangan pada pembacaan ini. Tempatkan saringan penghambat dalam lintasan berkas sinar. Pada saat kesetimbangan diperoleh, catat pembacaan alat ukur sebagai I_r . Pembacaan alat ukur menjadi nilai referensi untuk intensitas sinar. Pembacaan alat ukur juga diambil pada permulaan dan akhir dari setiap pengujian melalui lampu saringan lambat sendiri untuk mengecek persyaratan 7.2.2.2.5.2 butir (3)h).
- c) Untuk turbidimeter yang dilengkapi dengan mikroameter jenis *D'Arsonval*, tempatkan tangki sedimentasi yang berisi minyak tanah jernih di atas penyangga tangki dalam turbidimeter. Atur intensitas sinar sedemikian rupa sehingga mikroameter menunjukkan 50,0 μA dengan saringan penghambat sinar yang digeser/dikeluarkan dari jalan sinar. Atur kembali intensitas sinar sampai diperoleh kesetimbangan pada pembacaan ini. Hubungkan tahanan atau kombinasi tahanan seperti yang digambarkan pada Gambar 4a sehingga pembacaan alat ukur dikurangi sampai nilai keseimbangan antara 23,0 μA dan 25,0 μA . Tingkatkan intensitas sinar sehingga keseimbangan pembacaan sinar diperoleh antara 23,0 μA dan 25,0 μA digandakan secara pasti. Atur kembali intensitas sinar sampai keseimbangan diperoleh pada level pembacaan alat ukur lipat dua. Tempatkan saringan pengurang sinar pada lintasan berkas sinar. Pindahkan resistor dari sirkuit alat ukur. Pada saat keseimbangan diperoleh, catat pembacaan alat ukur sebagai I_r . Nilai ini menjadi nilai referensi untuk intensitas lampu. Atur reostat pada permulaan setiap pengujian untuk memberikan pembacaan alat ukur melalui saringan ditambah tangki minyak tanah bersih. Pembacaan alat ukur ini berhubungan dengan suatu pembacaan alat ukur 100,00 μA melalui tangki yang berisi minyak tanah bersih dengan menggunakan saringan lampu yang dipindahkan dari lintasan lampu. Pembacaan alat ukur juga diambil pada permulaan dan akhir dari setiap pengujian melalui sinar sendiri untuk mengecek persyaratan 7.2.2.2.5.2 butir (3)h).

CATATAN 1 Tahanan karbon $\frac{1}{2}$ watt dengan batasan toleransi 5% dapat digunakan untuk diperoleh pembacaan alat ukur yang diinginkan. Tahanan shunt atau kombinasi tahanan yang ditunjukkan oleh Gambar 4a memiliki nilai tahanan antara 85% dan 100% dari nilai tahanan internal dari alat ukur yang dicetak di atas kartu dalam penutup alat ukur. Tahanan seri memiliki suatu nilai tahanan yang sama dengan perbedaan antara tahanan internal dari alat ukur dan tahanan yang dihitung dari alat ukur dan kombinasi shunt.

CATATAN 2 Tidak cukup pasti tetapi masih dapat diterima cara uji penentuan pengaturan alat ukur yang berhubungan dengan suatu arus 100,0 μA melalui alat ukur dengan saringan sinar dipindahkan dari lintasan sinar bisa diperoleh dengan menghilangkan tahanan seri dalam sirkuit alat ukur. Tahanan dalam dari fotosel cukup besar untuk menyebabkan terjadinya kesalahan kecil kira-kira 0,5% dari pengaturan yang diinginkan pada saat tahanan seri diabaikan dari sirkuit.

- d) Contoh: Bila tahanan internal dari alat adalah 90 ohm, dan alat ukur digandeng dengan tahanan 470 ohm yang paralel dengan tahanan 100 ohm, tahanan kombinasi dari alat ukur dan pemindah, akan dikurangi menjadi 43 ohm. Ini akan mengurangi pembacaan alat ukur, dari 50,0 μA ke nilai yang dihitung yaitu 23,9 μA .

7.2.2.2.4.4 Penentuan nilai K dalam persamaan permukaan spesifik

Tetapkan nilai K pada persamaan permukaan spesifik pada 7.2.2.2.7 butir (1) dengan membagi permukaan contoh standar spesifik yang diberikan oleh nilai yang didapat untuk pernyataan dalam []. Ulangi prosedur kalibrasi ini 2 kali lagi. Rata-ratakan dari ketiga hasil nilai K.

7.2.2.2.4.5 Frekuensi kalibrasi

Alat turbidimeter harus terkalibrasi 6 bulan sebelum uji contoh semen.

CATATAN Ketiga nilai K (sebelum dirata-ratakan) yang ditetapkan selama kalibrasi tidak boleh bervariasi lebih dari 1,5% dari nilai rata-ratanya.

7.2.2.2.5 Prosedur

7.2.2.2.5.1 Penetapan ayakan

Letakkan 1 gram contoh semen gradasi ayakan no. 325 (45 μ m). Catat presentase semen yang lolos ayakan sebagai r.

7.2.2.2.5.2 Preparasi suspensi

(1) Pendispersian contoh

- a) Masukkan contoh semen ke dalam tabung uji bersama-sama dengan (10-15) mL minyak tanah dan 5 tetes bahan pendispersi yaitu asam oleat atau minyak lin yang disimpan lama (CATATAN 1).
- b) Aduk campuran selama 1 menit dengan alat pengaduk.
- c) Kemudian pindahkan ke tangki sedimen
- d) Cuci alat pengaduk dan tabung dan tabung dengan minyak tanah jernih dan masukkan cuciannya ke tangki sedimen.
- e) Tambahkan dengan minyak tanah pada tangki hingga tepat 335 mL (CATATAN 2).

CATATAN 1 Asam oleat harus memiliki grade dengan b.j antara (0,948 – 0,953) gram/cm³. Bahan pendispersi harus ringan dan sedikit mempengaruhi atau tidak mempengaruhi kekentalan minyak tanah. Bahan pendispersi akan berubah bila disimpan lama atau kena panas atau sinar. Karena itu harus disimpan dalam botol kaca berwarna gelap dan tertutup rapat. Botol-botol penetes harus dikosongkan, dibersihkan, dikeringkan dan diisi ulang secara berkala. Dimana bila asam oleat sudah kurang mampu mendispersikan atau bila timbul busa pada suspensi (kemungkinan ada sedikit air dalam minyak tanah) maka minyak lin yang disimpan lama sebaiknya digunakan sebagai bahan pendispersi. Bahan pendispersi yang sama harus digunakan untuk kalibrasi alat dan penetapan kehalusan.

CATATAN 2 Merupakan suatu hal yang penting bahwa batasan dari cairan dalam tangki sama dengan tanda 0 pada peralatan, hal ini berhubungan dengan volume suspensi yang mendekati 335 mL. Hal ini dapat diperoleh dengan menggunakan gelas ukur yang dikalibrasi untuk mendapatkan 335 mL dari seluruh minyak tanah meningkatkan volum suspensi; atau dengan menggunakan suatu meteran yang terdiri dari suatu pelat datar kira-kira (50 – 63) mm terhadap pusat yang ditempelkan secara vertikal pin logam dengan panjang tertentu, ketika pelat ditempatkan pada posisi di atas tangki, titik pin berada pada level 335 mL. Kedua metode tersebut harus yakin bahwa batasan cairan berada dalam rentang 1/10 mm.

(2) Pengadukan suspensi

Sesaat sebelum tangki dimasukkan ke jalan berkas cahaya, kocok terlebih dahulu agar suspensi merata. Tutup tangki dengan tutup kaca dan gerakkan 180° terhadap sumbu horisontal melalui pusat tangki, putar tangki ke atas dan ke bawah kira-kira setiap detik selama 1 menit (CATATAN 3). Hati-hati agar minyak tanah tidak ke luar (CATATAN 4). Suspensi siap ditempatkan dalam tempatnya dalam jalan berkas cahaya.

CATATAN 3 Prosedur yang menjelaskan untuk menggerakkan suspensi harus diikuti secara hati-hati. Prosedur dalam mencampur minuman tidak boleh diikuti.

CATATAN 4 Tutup tangki harus rapat sedemikian rupa sehingga tidak ada minyak tanah yang mengalir ke luar permukaan tangki. Permukaan dari tangki kaca harus bersih pada saat suspensi ditambahkan, dan pengerjaan harus dilakukan dengan hati-hati untuk menghindari proses pembersihan yang tidak perlu sampai penentuan lengkap.

(3) Prosedur pengoperasian turbidimeter

Operasikan peralatan turbidimeter sesuai dengan prosedur pengerjaan berikut ini:

- a) Dengan menggunakan saringan lamban dalam tangki sedimentasi yang mengandung kira-kira 100 mL minyak tanah jernih dalam jalan cahaya, atur intensitas cahaya I_r seperti yang dijelaskan pada prosedur pengaturan intensitas cahaya I_r dengan mengulangi pembacaan pada interval 1 menit hingga tidak terjadi perubahan angka yang menunjukkan bahwa lampu dan sel fotoelektrik berada dalam kesetimbangan. Pindahkan tangki, periksa dan rekam intensitas cahaya.

CATATAN 5 Untuk melindungi mikroameter, lampu hanya dinyalakan bila suspensi atau filter pengurang intensitas cahaya lambat berada pada nilai julat mikroameter. Baterai yang bisa diisi harus diputus-sambungkan sekali-kali untuk mengurangi tegangan hingga suatu nilai yang tetap. Jika mikroameter menunjukkan fluktuasi yang terus menerus, cek kabel-kabel lampu yang putus dan sirkit sel fotoelektrik, perhatikan bahwa hubungan reostat bersih, dan yakinkan bahwa lampu, soket dan reflektor terpasang dengan tepat padaudukannya.

- b) Timbang contoh semen dengan berat tertentu, dan catat hingga pembacaan ke nilai terdekat 0,000 2 gram. Siapkan suspensi sesuai dengan prosedur di atas.
- c) Tempatkan penunjuk batas rak pada posisi (30-50) μm .
- d) Isi buret sampai tinggi tertentu dengan minyak tanah dari lot dan suhu yang sama dengan minyak tanah yang digunakan pada pembuatan suspensi, dan mulai menggerakkan tangki yang berisi suspensi sesuai dengan 7.2.2.2.5.2 butir (2). Lanjutkan proses gerakan osilasi hingga minyak tanah dalam buret mencapai titik nol dan hentikan proses agitasi. Segera tempatkan tangki pada posisi jalan berkas sinar.
- e) Segera pindahkan filter pengurang sinar dari jalan cahaya dan tutup pintu kotak alat.
- f) Baca mikroameter hingga ke nilai terdekat 0,1 μA pada saat minyak tanah melewati tanda 50, 45, 40, 35, dan 30.
- g) Naikkan rak berturut-turut sampai tanda 25, 20, 15, 10 dan 7,5 pada skala, pembacaan mikrometer pada setiap posisi seperti pembacaan saat minyak tanah dikosongkan dari buret.
- h) Rendahkan rak pada posisi (30-50) μm . Ganti filter dalam jalan berkas cahaya, pindahkan tangki, dan periksa intensitas lampu. Jika pembacaan mikroameter menunjukkan pergeseran lebih dari 0,3 μA dari pengesetan awal melalui filter saja, maka pengujian harus diulangi.

7.2.2.2.6 Pencatatan data

Untuk pencatatan data dan perhitungan permukaan spesifik disarankan mengikuti Tabel 15.

7.2.2.2.7 Perhitungan

(1) Cara perhitungan permukaan spesifik

a) Hitung permukaan spesifik dengan menggunakan persamaan berikut:

$$S = K \left[\frac{r(2 - \log I_{50})}{1,5 + 0,75 \log I_{7,5} + \log I_{10} + \log I_{15} + \dots + \log I_{45} - 9,5 \log I_{50}} \right]$$

Keterangan:

- S adalah permukaan spesifik contoh, m²/kg;
 K adalah faktor kalibrasi seperti yang dijelaskan pada bagian 7.2.2.2.4.4;
 r adalah persen berat contoh yang terkoreksi oleh contoh lolos ayakan 45 µm (No. 325) (CATATAN 1) dan I_{7,5}, I₁₀, I₁₅, I₅₀ adalah pembacaan mikrometer yang berhubungan dengan diameter partikel 7,5 µm, 10 µm, 15 µm,50 µm, µA.

CATATAN 1 Nilai K yang ditentukan dengan menggunakan 7.2.2.2.4.3 digunakan hanya untuk bahan yang memiliki berat jenis sama dengan semen portland (kira-kira 3,15 gram/cm³). Untuk material lain, angka diperoleh berdasarkan perhitungan dengan menggunakan turunan dari persamaan tersebut, yang bervariasi secara kebalikan dengan diameter partikel (gram/cm³).

- b) Untuk menghitung permukaan spesifik dalam satuan m²/kg, dikalikan luas permukaan dalam cm²/gram dengan faktor 0,1.
 c) Bulatkan angka dalam cm²/gram hingga 10 satuan (untuk satuan m²/kg hingga ke nilai terdekat)

Sebagai contoh:

Identifikasi contoh:

Lolos ayakan 45 µm (No. 325)r, dikoreksi, T

Faktor kalibrasi

Contoh X:

90,4

33,9

Pembacaan m pada filter, µA:

Sebelum pengujian:

17,5

Setelah pengujian:

17,5

Berat contoh, gram

0,25

Tabel 15 – Contoh pencatatan data pengujian turbidimeter dan perhitungan permukaan spesifik

Ukuran partikel, μm	I , μm	Log I
50	17,3 1,238 ^A
45	17,4	1,241
40	17,6	1,246
35	17,9	1,253
30	18,4	1,265
25	19,1	1,281
20	20,1	1,303
15	21,6	1,334
10	23,9	1,378
7,5	25,6 1,408 ^A
	0,75 x 1,408 =	1,056
		1,500
	Jumlah =	12,857
	9,5 x 1,238 =	11,761
	Selisih =	1,096
$S = (33,9 \times 90,4 \times 0,762) / 1,096 = 2131 \text{ cm}^2/\text{gram}$ Dibulatkan menjadi 2130 cm^2/g atau 213 m^2/gram		
CATATAN: ^A Untuk kemudahan pada perhitungan log I_{50} dan Log $I_{7,5}$ dicatat pada kolom yang terpisah		

- (2) Permukaan spesifik dari pembacaan turbidimeter pertama I_{50} .

Metode ini dapat digunakan untuk penentuan berturut-turut untuk pabrik yang sama, dengan ukuran contoh yang digunakan sama, dan tidak ada perubahan yang berarti untuk kehalusan, warna atau sifat-sifat semen yang lain. Dengan kondisi tersebut permukaan spesifik contoh dapat dihitung dari pembacaan turbiditi pertama I_{50} , dengan menggunakan persamaan berikut:

$$S = c (2 - \log I_{50})$$

Keterangan:

- S adalah permukaan spesifik contoh, m^2/kg ;
 I_{50} adalah pembacaan mikrometer yang berhubungan dengan diameter partikel 50 μm ;
 c adalah konstanta transmitansi untuk pabrik tertentu.

CATATAN 2 Konstanta transmitansi dapat dievaluasi dengan menggantikan persamaan di atas yang diketahui nilai S dan $2 - \log I_{50}$ seperti yang ditentukan dengan menggunakan pengujian turbidimeter lengkap. Rata-rata dibuat dengan minimal 5 nilai c yang ditentukan dari pengujian lengkap.

- (3) Jika kehalusan dari contoh yang ditentukan dengan 7.2.2.2.7 butir (2) gagal memenuhi persyaratan untuk kehalusan, pengujian ulang harus dilakukan dengan menggunakan prosedur lengkap 7.2.2.2.5.2 butir (3), 7.2.2.2.6 dan 7.2.2.2.7.

7.2.2.2.8 Presisi dan bias

(1) Presisi operator tunggal

Variasi koefisien operator tunggal adalah 2,6%. Oleh karena itu, hasil dari 2 pengujian yang dilakukan oleh operator yang sama untuk contoh yang sama, rata-ratanya tidak boleh berbeda lebih dari 7,3%.

(2) Presisi multilaboratorium

Variasi koefisien multi laboratorium adalah 3,8%. Oleh karena itu, hasil yang diperoleh dari dua laboratorium yang berbeda untuk contoh yang sama, rata-ratanya tidak boleh lebih dari 10,6%.

CATATAN Angka-angka yang mewakili batasan D1S% dan D2S% dijelaskan pada ASTM C 670-13, *Standard Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction Materials*.

(3) Bila tidak ada bahan referensi yang diterima sesuai untuk penentuan bias yang sesuai dengan metode ini, tidak dibuat.

7.2.3 Pengujian konsistensi normal

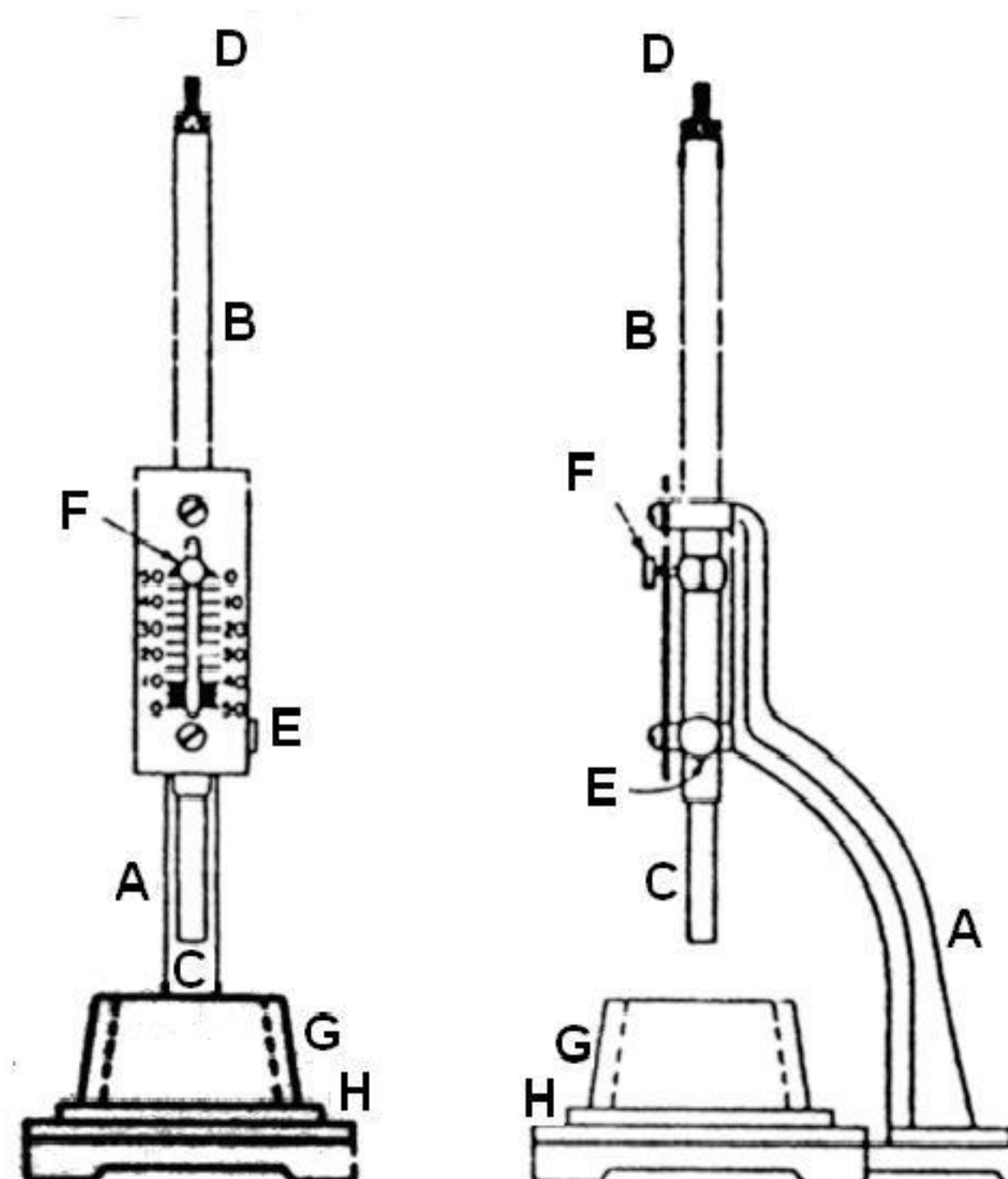
Metode uji ini meliputi pemeriksaan konsistensi normal dari semen hidrolis.

7.2.3.1 Tujuan dan penggunaan

Metode uji ini digunakan untuk menentukan jumlah air yang dibutuhkan pada penyiapan pasta semen hidrolis untuk pengujian.

7.2.3.2 Peralatan

- Timbangan dan batu timbangan harus sesuai spesifikasi
- Gelas ukur dengan kapasitas 200 mL atau 250 mL, sesuai spesifikasi
- Alat vicat



Gambar 8 – Alat vicat

Alat vicat harus terdiri dari rangka A (Gambar 8) yang mempunyai batang B yang dapat digerakkan, beratnya 300 gram, salah satu ujung torak C berdiameter 10 mm, berjarak sekurang-kurangnya 50 mm, dan ujung lainnya jarum D yang dapat dibongkar pasang berdiameter 1 mm dan panjang 50 mm.

Batang B dapat dipergunakan secara bolak balik dan dapat dipasang dalam beberapa posisi dengan pengatur sekrup E dan mempunyai indikator F yang dapat diatur, dapat bergerak pada skala (ditunjukkan dalam mm) yang skalanya dilekatkan pada rangka A. Pasta semen yang akan diuji dimasukkan ke dalam cincin G, yang kaku berbentuk kerucut, diletakkan di atas pelat datar H yang tidak menyerap air, lebar masing-masing sisinya ± 100 mm.

Batang B terbuat dari baja tahan karat mempunyai kekerasan tidak kurang dari 35 HRC dan harus lurus dengan ujung torak yang tegak lurus terhadap sumbu batang B. Cincin terbuat dari bahan tidak korosi, tidak menyerap air mempunyai diameter dalam bagian bawah 70 mm dan bagian atas 60 mm dengan tinggi 40 mm.

Disamping ketentuan tersebut di atas, alat vicat harus sesuai dengan spesifikasi sebagai berikut:

- | | |
|---|-----------------------|
| a. Berat batang yang dapat bergerak (B) | (300 \pm 0,5) gram. |
| b. Diameter ujung batang torak (C) | (10 \pm 0,05) mm. |
| c. Diameter jarum | (1 \pm 0,05) mm. |
| d. Diameter dalam cincin bagian bawah | (70 \pm 3) mm. |
| e. Diameter dalam cincin bagian atas | (60 \pm 3) mm. |
| f. Tinggi cincin | (40 \pm 1) mm. |
| g. Pembagian skala | |
| Pembagian skala, bila dibandingkan dengan skala standar yang ketelitiannya 0,1 mm pada setiap titik, tidak boleh menunjukkan penyimpangan lebih besar dari 0,25 mm. | |

- d) Mesin pengaduk, pengaduk, mangkuk aduk, dan penggaruk.
- e) Pisau aduk, pisau segitiga dengan tepi lurus ukuran (100 – 150) mm

7.2.3.3 Suhu dan kelembaban

- a) Suhu udara sekitar meja tempat pencampuran semen kering, cetakan dan pelat dasar harus dipertahankan antara (20 – 27,5) °C
- b) Kelembaban ruang lembab sesuai pada 7.2.1.1 butir a) dan b)

7.2.3.4 Prosedur

7.2.3.4.1 Penyiapan pasta semen

Campur 650 gram semen dengan air yang telah diukur isinya, sesuai dengan prosedur yang telah dijelaskan pada Lampiran C.

Letakkan pengaduk dan mangkuk kering dalam posisi mengaduk pada mesin pengaduk. Kemudian masukkanlah bahan-bahan ke dalam mangkuk dan campurlah dengan cara sebagai berikut:

Masukkan semua air campuran ke dalam mangkuk. Tambahkan semen ke dalam air dan tunggulah selama 30 detik agar air campuran terserap. Jalankan mesin pengaduk dan campurlah pada kecepatan rendah (140 \pm 5) putaran per menit selama 30 detik.

Hentikan mesin pengaduk selama 15 detik dan selama waktu ini kumpulkan pasta yang menempel pada dinding mangkuk.

Jalankan mesin pengaduk pada kecepatan sedang (285 ± 10) putaran per menit dan campurlah selama 1 menit.

7.2.3.4.2 Pencetakan benda uji

Segera bentuk pasta semen yang telah disiapkan sesuai dengan butir seperti di atas, menjadi bola dengan kedua tangan (memakai sarung tangan karet) dan lemparkan 6 kali dari tangan satu ke tangan yang lainnya dengan jarak kira-kira 15 cm.

Tekan bola pasta yang terletak pada satu tangan ke dalam lubang yang besar dari cincin vicat, yang dipegang dengan tangan lainnya.

Ambillah dengan sekali gerakan telapak tangan. Letakkan cincin dengan lubang yang besar ini pada pelat kaca, buang kelebihan pasta pada lubang cincin yang kecil dengan cara sekali gerakan menggunakan tepi pisau aduk segitiga, dengan gerakan sedikit miring terhadap puncak dari cincin, haluskan permukaannya, bila perlu diketuk-ketuk dengan ujung pisau pengaduk perlahan-lahan.

Selama pengerjaan pemotongan dan penghalusan hindarkan penekanan pada pasta.

7.2.3.4.3 Penetapan konsistensi

Tepatkan tengah-tengah pasta dalam cincin di bawah batang peluncur B, tempelkan ujung batang peluncur C pada permukaan pasta dan kuncilah sekrup E.

Kemudian tepatkan indikator F pada tanda nol dari skala, dan lepaskan batang peluncur paling lama 30 detik setelah selesai pembuatan pasta.

Alat harus bebas dari getaran selama pengujian.

Konsistensi normal pasta tercapai apabila batang peluncur menembus sampai batas (10 ± 1) mm di bawah permukaan pasta dalam waktu 30 detik setelah dilepaskan. Kerjakanlah percobaan tersebut di atas dengan memakai persentase air yang berbeda-beda sehingga tercapai konsistensi normal. Gunakan semen baru pada setiap percobaan.

7.2.3.5 Perhitungan

Persen konsistensi dinyatakan dalam kadar air pasta dan dihitung dengan rumus:

$$\% W = \frac{W_a}{W_s}$$

Keterangan:

- W adalah konsistensi dinyatakan dalam kadar air pasta, %;
 Wa adalah berat air, gram;
 Ws adalah berat semen kering, gram.

Hitunglah jumlah air yang dibutuhkan untuk konsistensi normal dengan pembulatan hingga 0,1% dan laporkan berat semen kering dengan pembulatan hingga 0,5%.

7.2.4 Pengujian waktu pengikatan

7.2.4.1 Peralatan

- a) Timbangan
Timbangan dan batu timbangan harus sesuai spesifikasi
- b) Gelas ukur berkapasitas 200 atau 250 mL, sesuai spesifikasi

7.2.4.2 Suhu dan kelembaban

Suhu udara sekitar meja tempat pencampuran semen kering, cetakan dan pelat dasar harus dipertahankan pada suhu $(23 \pm 3,0) ^\circ\text{C}$. Suhu air pencampur dan ruang lembab dipertahankan pada suhu $23,0 \pm 2,0 ^\circ\text{C}$.

Kelembaban ruang laboratorium dan ruang lembab tempat penyimpanan benda uji tidak kurang dari 50%.

7.2.4.3 Persiapan pasta semen

Campuran 650 gram semen dengan persentase air pencampur yang diperlukan untuk konsistensi normal sesuai dengan prosedur yang dijelaskan pada Lampiran C.

Pada pengujian dianjurkan menggunakan aquades tetapi pada pengujian *referee* dan pengujian bersama harus menggunakan aquades.

Benda uji yang digunakan untuk menentukan konsistensi normal bisa juga digunakan untuk penentuan waktu pengikatan dengan jarum vicat sesuai dengan prosedur yang dijelaskan pada 7.2.4.4.

7.2.4.4 Pengujian waktu pengikatan dengan alat vicat manual (metode A)

Metode ini dimaksudkan untuk penetapan waktu pengikatan semen hidrolis dengan menggunakan jarum vicat.

7.2.4.4.1 Peralatan khusus

Alat vicat manual (metode A) sesuai dengan 7.2.3.2 butir c) dan Gambar 8.

7.2.4.4.2 Prosedur

7.2.4.4.2.1 Pencetakan benda uji

Pencetakan benda uji sesuai dengan 7.2.3.4.2. Segera setelah pencetakan, simpan benda uji di dalam ruang lembab dan biarkan sampai penetapan waktu pengikatan.

Benda uji harus berada dalam cincin cetak beralaskan pelat kaca H selama waktu pengujian. Contoh untuk pengujian waktu pengikatan dan autoclave dapat dibuat dari contoh yang sama.

7.2.4.4.2.2 Penetapan waktu pengikatan

Biarkan benda uji dalam ruang lembab selama 30 menit setelah pencetakan, kemudian lakukan penetrasi dengan jarum diameter 1 mm dan setiap 15 menit berikutnya (untuk semen tipe III setiap 10 menit) sampai mencapai penetrasi pada 25 mm atau kurang.

Untuk pengujian penetrasi, turunkan jarum D sampai tepat menempel pada permukaan pasta semen. Kencangkan sekrup E, dan atur indikator F pada ujung atas skala. Tepatkan pada skala nol.

Bebaskan batang dengan melonggarkan sekrup E secara cepat dan biarkan jarum turun selama 30 detik, kemudian baca skala untuk menentukan penetrasi (jika pasta kelihatan encer, pada pembacaan awal turunnya batang B dapat diperlambat untuk mencegah bengkoknya jarum 1 mm)

Jarak antar titik penetrasi tidak kurang dari 5 mm terhadap dinding bagian dalam cetakan dan jarak diantara 2 titik penetrasi tidak kurang dari 10 mm. Catat hasil pengujian penetrasi. Dengan interpolasi tentukan waktu dimana penetrasi diperoleh 25 mm. Ini adalah waktu pengikatan awal. Sedangkan waktu pengikatan akhir adalah ketika jarum tidak nampak terbenam pada pasta.

Perhatian :

- Selama pengujian penetrasi peralatan harus bebas getaran.
- Jaga agar jarum diameter 1 mm tetap lurus dan tetap bersih karena gumpalan-gumpalan semen yang menempel pada sisi jarum akan memperlambat penetrasi, bila semen menempel pada ujung jarum akan mempercepat penetrasi.
- Waktu pengikatan tidak hanya dipengaruhi oleh persentase suhu air yang dipakai, jumlah pasta yang diterima, tetapi juga disebabkan oleh suhu dan kelembaban udara.

7.2.4.4.3 Presisi

- a) Berdasarkan hasil percobaan oleh operator tunggal (*within laboratory*) standar deviasi untuk pengikatan awal 12 menit dalam rentang (49-202) menit. Standar deviasi untuk pengikatan akhir adalah 20 menit dalam rentang (185-312) menit. Karena itu hasil pengujian yang dilakukan oleh operator yang sama bedanya tidak boleh lebih dari 34 menit untuk pengikatan awal dan 56 menit untuk pengikatan akhir pada pasta yang sama.
- b) Berdasarkan hasil percobaan multi laboratory (*between laboratory*) standar deviasi untuk pengikatan awal 16 menit dalam rentang (49-207) menit. Standar deviasi untuk pengikatan akhir adalah 43 menit dalam rentang (185-312) menit. Karena itu hasil pengujian yang dilakukan oleh 2 laboratorium yang berbeda, bedanya tidak boleh lebih dari 45 menit untuk pengikatan awal dan 122 menit untuk pengikatan akhir pada pasta yang sama.

7.2.4.5 Pengujian waktu pengikatan dengan alat vicat otomatis (metode B)

7.2.4.5.1 Peralatan khusus

a) Peralatan jarum *vicat* otomatis

Peralatan harus dilengkapi dengan suatu jarum *vicat* standar. Jarum tersebut harus memiliki diameter $(1,0 \pm 0,05)$ mm dan panjang minimum 50 mm. Berat total yang dapat disangga oleh ujung jarum pada saat pengukuran adalah $(300 \pm 0,5)$ gram. Instrumen harus dapat menyelesaikan secara otomatis dan merekam pengukuran penetrasi dari suatu uji contoh dengan interval waktu ditentukan tidak lebih dari 10 menit dan menjalankan setiap uji penetrasi minimal sejauh 5 mm dari penetrasi sebelumnya dan minimal 10 mm dari bagian dalam dari cetakan.

b) Cetakan contoh

Pasta semen ditahan dalam suatu cincin kerucut dengan tinggi (40 ± 1) mm dan pelat datar yang bisa dipindahkan. Permukaan uji memiliki diameter minimum (60 ± 3) mm.

7.2.4.5.2 Prosedur pengerjaan

7.2.4.5.2.1 Contoh yang dicetak

Dibentuk secara cepat dari pasta semen, disiapkan seperti yang dijelaskan pada bagian persiapan pasta semen hingga menjadi suatu bentuk bola dengan menggunakan tangan yang bersarung tangan dan dilemparkan sebanyak enam kali dari satu tangan ke tangan yang lain, dengan mempertahankan tangan terpisah sejauh 150 mm. Tekan bola tersebut, biarkan di dalam telapak tangan sampai ujung yang besar dari cincin kerucut, tahan dengan tangan yang lain, secara menyeluruh mengisi cincin dengan pasta. Pindahkan sisanya pada ujung yang lebih besar dengan pergerakan tunggal dari telapak tangan. Tempatkan ujung yang lebih besar di atas pelat datar. Gunakan suatu sekop yang tajam dan pinggiran yang tajam untuk memindahkan sisa pasta yang ada di atas cetakan. Tahan sekop tersebut pada lereng 30° dengan pinggiran depan dinaikkan dan memulai dari yang terdekat dengan pusat cetakan, ratakan pasta dengan menarik sekop melewati bagian atas dari cetakan dengan menggunakan suatu gergaji; ulangi prosedur tersebut untuk bagian yang lain dari permukaan. Kemudian haluskan permukaan sampai ke atas cetakan dengan membuat gerakan yang stabil dan lengkap yang melewati permukaan dengan menggunakan pinggiran yang seret dari sekop. Ulangi langkah pemotongan dan penghalusan tetapi pada posisi 90° pada potongan sebelumnya. Ulangi langkah-langkah tersebut seperti yang dibutuhkan untuk membuat permukaan yang datar dengan bagian atas dari cetakan. Biasanya pasta diratakan dalam dua tahap, tetapi kadang-kadang sampai tiga tahap jika dibutuhkan. Hindari tekanan yang berlebihan dan pengkompakan. Karena peralatan *vicat* otomatis mengacu kepada bagian atas dari pinggiran cetakan, hal ini sangat penting dimana bagian atas dari permukaan pasta seragam dan rata dengan bagian atas dari cetakan.

7.2.4.5.2.2 Penentuan waktu pengesetan

Dengan mengikuti instruksi pamanufaktur dan melengkapi prosedur kalibrasi instrumen yang dibutuhkan dan peng-nol-lan. Atur instrumen untuk mengukur dengan tidak kurang dari 10 menit (CATATAN 1). Tempatkan contoh yang dicetak di dalam peralatan vicat otomatis dan mulai pengukuran (CATATAN 2).

CATATAN 1 Peralatan otomatis biasanya mampu untuk pengukuran lebih sering dari sekali dalam setiap 10 menit dan pengukuran yang lebih sering akan meminimalkan interpolasi.

CATATAN 2 Waktu mula-mula pengaturan berdasarkan pada metode A yang ditentukan berdasarkan waktu yang telah lewat yang dibutuhkan untuk mendapatkan suatu penetrasi sepanjang 25 mm dan pengikatan akhir sebagai total waktu yang telah lewat pada saat jarum tidak masuk dengan jelas ke dalam pasta. Titik akhir ditetapkan dengan menggunakan suatu metode uji vicat otomatis yang berkualitas yang mengalami deviasi secara nyata dari titik akhir yang dispesifikasikan pada metode A, dan membutuhkan standardisasi untuk kemiringan yang benar.

7.2.4.5.2.3 Julat bisa diaplikasikannya suatu metode harus ditentukan dengan menggunakan julat waktu rata-rata pengaturan semen yang digunakan untuk pengkualifikasian dan standardisasi, dan harus dapat dibatasi sampai 30 menit lebih besar dari maksimum, dan 30 menit kurang dari minimum.

7.2.4.5.2.4 Perhitungan dan pelaporan

Lengkapi semua perhitungan sampai ke nilai terdekat 1 menit, dan laporan menghasilkan suatu nilai yang terdekat sampai 5 menit. Laporan harus mengindikasikan bahwa uji tersebut dilakukan dengan metode B.

7.2.4.5.3 Persyaratan unjuk kerja (kualifikasi) untuk instrumen *vicat* otomatis

7.2.4.5.3.1 Ruang lingkup

Ketika waktu dari hasil pengaturan dari peralatan vicat otomatis digunakan untuk uji terima atau menolak dari semen, metode yang digunakan harus memenuhi dengan persyaratan kualifikasi yang ada pada bagian ini. Metode diperkirakan terdiri dari prosedur instrumen yang spesifik dan prosedur pencetakan memenuhi persyaratan dari standar ini, yang digunakan secara konsisten oleh laboratorium tertentu.

7.2.4.5.3.2 Contoh semen portland yang dibutuhkan

Semen portland yang memenuhi dengan persyaratan yang dispesifikasikan pada syarat mutu standar ini dan contoh tersebut pada saat diuji berdasarkan metode A, harus memasukkan hal-hal di bawah ini:

- Semen memiliki waktu awal pengikatan awal kurang dari 110 menit.
- Semen dengan waktu awal pengikatan awal lebih besar dari 150 menit.
- Semen dengan waktu akhir pengaturan akhir kurang dari 180 menit .
- Semen dengan waktu pengikatan akhir lebih besar dari 210 menit

CATATAN Laboratorium disarankan untuk menyediakan semen yang cukup untuk kualifikasi dan standardisasi lebih lanjut.

7.2.4.5.3.3 Pengujian

Dengan menggunakan metode yang akan dikualifikasikan dan memasukkan formula standardisasi seperti yang dijelaskan pada bagian standardisasi, untuk memperoleh penentuan tunggal dari waktu pengikatan awal dan akhir setiap masing-masing semen dari tiga semen tersebut. Pada hari yang sama, lakukan waktu yang berdekatan untuk penentuan pengaturan berdasarkan pada metode A. Buat penentuan tunggal dari konsistensi normal untuk setiap semen, dan gunakan sejumlah air untuk semua kumpulan tiruan. Lengkapi tiga rangkaian pengujian pada hari yang berbeda, dan ulangi semua langkah-langkah yang ada pada metode tersebut. Lakukan uji kualifikasi pada contoh yang disiapkan secara terpisah dari uji standardisasi.

7.2.4.5.3.4 Perhitungan

Hitunglah rata-rata tiga rangkaian untuk waktu pengikatan awal dan akhir untuk setiap semen dengan menggunakan metode. Suatu metode yang berkesesuaian dengan waktu pengikatan awal persyaratan kualifikasi jika terdapat perbedaan antara nilai rata-rata waktu pengikatan awal untuk metode A dan nilai rata-rata yang berhubungan dengan metode B yang tidak lebih besar dari 25 menit untuk contoh manapun, dan julat dari tiga uji tiruan dengan menggunakan metode B tidak melebihi 30 menit. Demikian juga, suatu metode yang sesuai dengan waktu pengikatan akhir persyaratan kualifikasi jika terjadi perbedaan antara nilai rata-rata waktu pengikatan akhir untuk metode A dan nilai rata-rata yang berhubungan untuk metode B tidak lebih besar dari 45 menit untuk contoh manapun, dan julat dari tiga uji tiruan oleh metode B tidak melebihi 30 menit. Sebagai contoh data kualifikasi diberikan pada Lampiran B.

7.2.4.5.3.5 Standardisasi

Pada saat standardisasi dibutuhkan dengan tujuan untuk mendapatkan persetujuan antara metode A dan metode B, hal ini dapat diaplikasikan terhadap waktu pengikatan awal yang lain, waktu pengikatan akhir, atau keduanya. Suatu formula standardisasi harus didasarkan pada suatu perbandingan hasil uji yang diperoleh dengan menggunakan metode A dan metode yang dipilih dengan menggunakan instrumen otomatis (metode B). Hasil uji dari minimal lima semen hidrolis yang berbeda dibutuhkan untuk standardisasi. Semen harus memiliki suatu julat minimum 60 menit waktu awal pengaturan dan julat minimum 90 menit waktu pengikatan akhir pada saat diuji berdasarkan metode A. Jika diinginkan, dapat digunakan tiga semen untuk kualifikasi instrumen, tetapi menghasilkan penentuan yang baru. Gunakan metode yang sama seperti yang digunakan dalam kualifikasi instrumen, termasuk semua langkah-langkah yang sama. Validasi formula-formula standardisasi harus diturunkan secara matematis dan dapat diaplikasikan pada semua contoh.

CATATAN Secara umum, instrumen otomatis merupakan peralatan yang dioperasikan dengan menggunakan komputer, dan dapat dengan mudah diadopsi untuk perhitungan standardisasi.

7.2.4.5.4 Re-kualifikasi metode

Rekualifikasi dari suatu metode dilakukan minimal satu kali dalam satu tahun, dan pada saat kondisi-kondisi di bawah ini terjadi:

- a) Instrumen dimodifikasi secara nyata
- b) Instrumen secara substansi diperbaiki
- c) Bukti secara substansi menunjukkan bahwa metode tersebut tidak memberikan data yang memenuhi persyaratan unjuk kerja.

- d) Rata-rata dari contoh semen dan beton referensi laboratorium berbeda dari nilai yang diperoleh dengan menggunakan metode dengan lebih dari 45 menit untuk waktu awal atau waktu pengaturan akhir.

7.2.4.5.5 Ketelitian dan bias

7.2.4.5.5.1 Ketelitian

Tidak terdapat data ketelitian yang tersedia pada saat ini. Suatu laboratorium disarankan untuk mengembangkan data ketelitian masing-masing untuk metode dan instrumen yang digunakan. Berdasarkan persyaratan kualifikasi, ketelitian dari suatu metode seharusnya tidak lebih besar daripada ketelitian pada metode A.

7.2.4.5.5.2 Bias

Sejak tidak adanya bahan referensi yang sesuai untuk penentuan bias untuk prosedur di dalam metode uji ini, tidak ada pernyataan bias dipresentasikan.

7.2.4.6 Pengujian waktu pengikatan dengan alat jarum gillmore

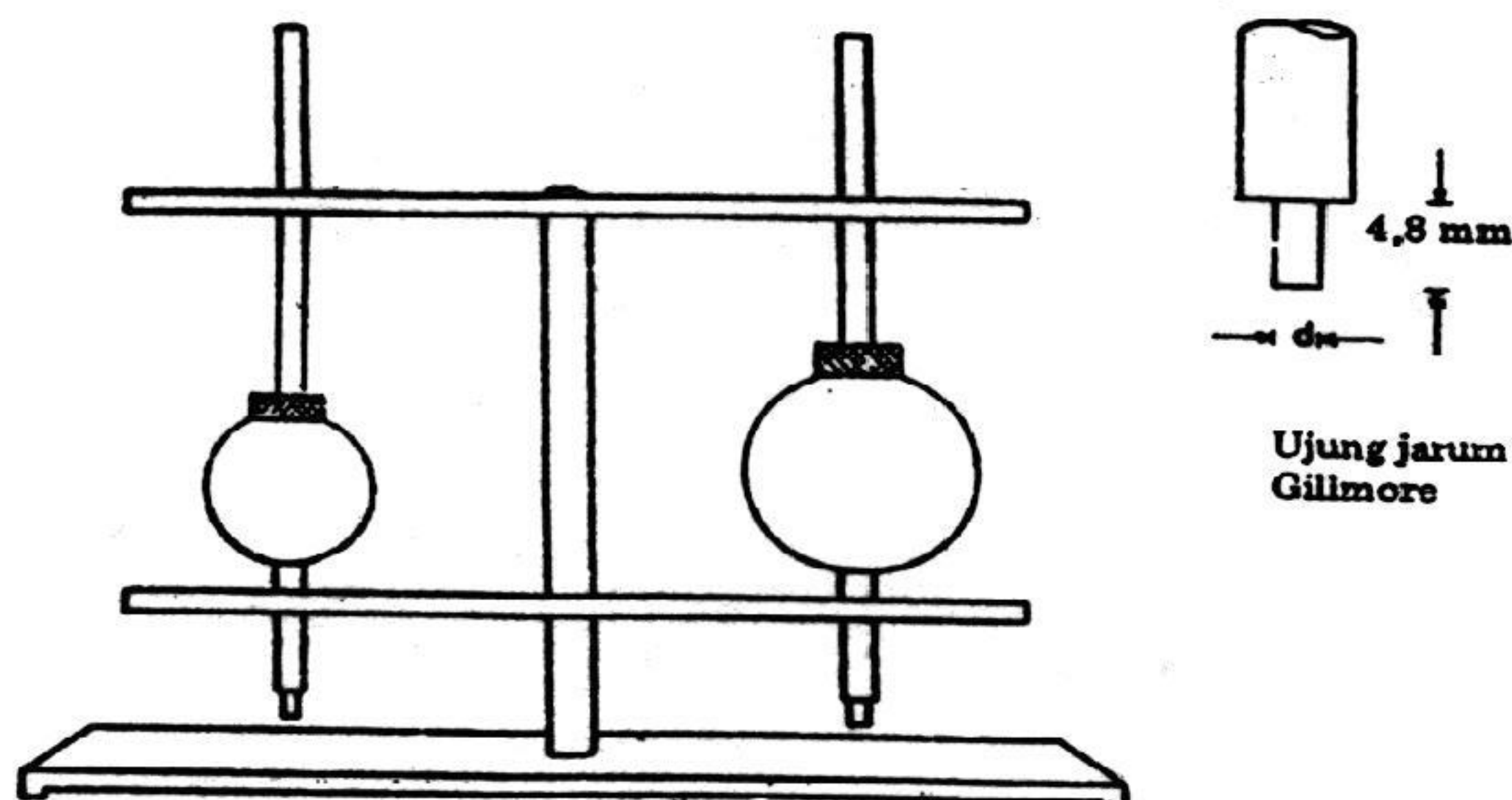
7.2.4.6.1 Peralatan khusus

Peralatan jarum gillmore

Alat gillmore yang harus memenuhi persyaratan berikut:

- a) Jarum pengikatan awal:
 - Berat : $(113,4 \pm 0,5)$ gram.
 - Diameter : $(2,12 \pm 0,05)$ mm.
- b) Jarum pengikatan akhir:
 - Berat : $(453,6 \pm 0,5)$ gram.
 - Diameter : $(1,06 \pm 0,05)$ mm.

Jarum harus berbentuk silinder dengan panjang $(4,8 \pm 0,5)$ mm. Ujung jarum harus rata dan terletak tepat pada sumbu dan batangnya (lihat Gambar 9).



Gambar 9 – Alat gillmore

7.2.4.6.2 Prosedur

7.2.4.6.2.1 Pencetakan benda uji

Bentuk pasta semen menjadi semacam lempengan diameter kira-kira 75 mm dan tebal bagian tersebut 13 mm di atas sebuah kaca persegi berukuran.

Permukaannya diratakan dan bagian tepinya miring (Gambar 10).

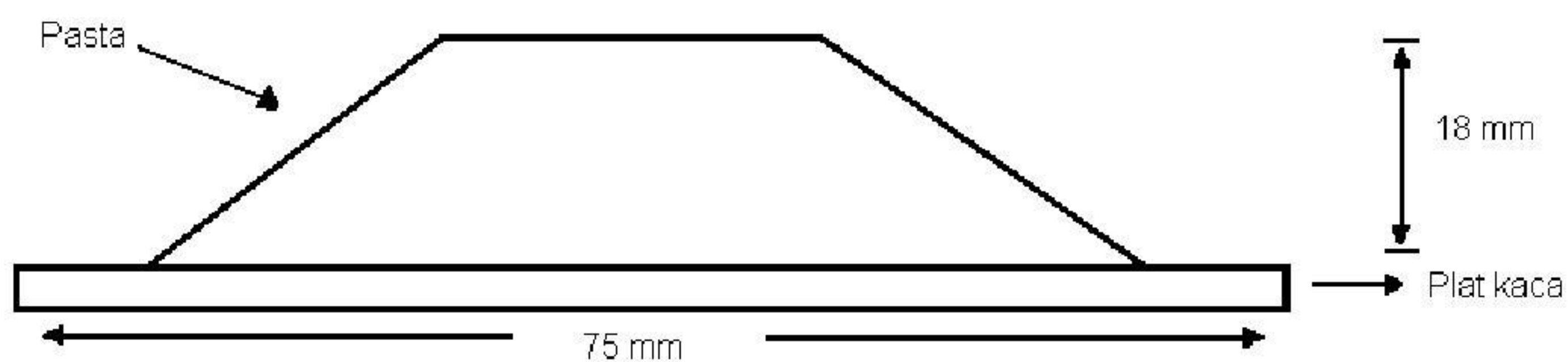
Dalam pembuatan lempengan ini, pertama-tama letakkan segumpal pasta semen di atas kaca, rata permukaan kemudian dibentuk lempengannya dengan mengerjakan sendok aduk berkeliling dalam arah dari tepi luar, ke tengah-tengah gumpalan pasta.

7.2.4.6.2.2 Penentuan waktu pengikatan

Pada penentuan waktu pengikatan, pegang jarum pada posisi vertikal dan lakukan penetrasi jarum "*initial*" (posisi vertikal).

Bila pada jarum "*initial*" sudah tidak menimbulkan bekas pada permukaan cetakan, catat waktunya dan hitung dari mulai pencampuran semen dan air sebagai waktu pengikatan awal.

Lakukan hal tersebut di atas dengan menggunakan jarum "*final*" dan hitung sebagai waktu pengikatan akhir.



Gambar 10 – Bentuk lempengan pasta semen

7.2.5 Pengujian pemuai dengan autoclave

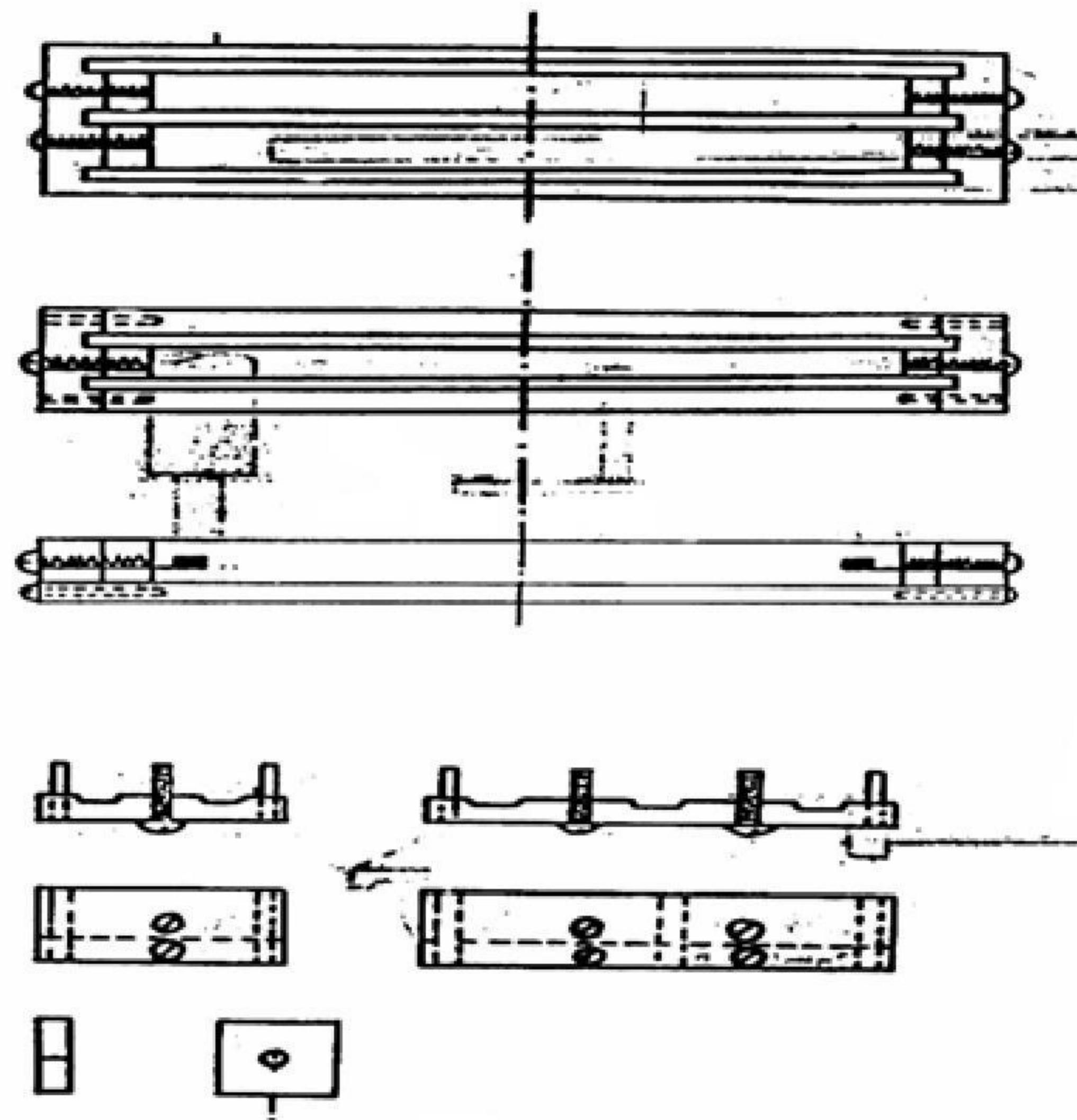
Metode uji ini meliputi penentuan pemuai dengan autoclave dari semen portland dengan melakukan pengujian terhadap benda uji.

7.2.5.1 Tujuan dan penggunaan

Pengujian pemuai dengan autoclave untuk menetapkan indeks potensial yang pengembannya lamban disebabkan oleh hidrasi CaO, MgO atau kedua-duanya.

7.2.5.2 Peralatan

- Timbangan dan batu timbangan, sesuai dengan spesifikasi.
- Gelas ukur, berkapasitas 200 mL atau 250 mL, sesuai spesifikasi.
- Cetakan berukuran : (25 x 25 x 285) mm (Gambar 11).



Gambar 11 – Cetakan prisma

- d) Pisau aduk, pisau segitiga dengan tepi lurus ukuran (100-150) mm
- e) Autoclave, terdiri dari bejana uap dengan tekanan tinggi yang dilengkapi dengan termometer dinding. Autoclave harus dilengkapi dengan pengatur tekanan otomatis dan piringan yang dapat pecah dengan tekanan ledak $2,4 \text{ MPa} \pm 5\%$. Di lokasi yang tidak diijinkan tekanan ledak menggunakan piringan yang dapat pecah, autoclave harus dilengkapi dengan katup pengaman. Sebagai tambahan, autoclave harus dilengkapi dengan katup pelepasan yang dapat mengeluarkan udara selama periode awal pemanasan dan melepaskan tekanan uap yang tersisa pada akhir dari suatu periode pendinginan.

Pengukur tekanan harus mempunyai kapasitas nominal 4,0 Mpa (600 psi), tidak boleh lebih besar maupun lebih kecil, dial dengan diameter nominal 115 mm dan harus mempunyai skala dari (0-4,0) Mpa ((0 – 600) psi) dengan pembagian skala tidak lebih 0,03 MPa. Kesalahan pada pengukuran tidak boleh melebihi $\pm 0,03 \text{ MPa}$ pada tekanan operasi 2 MPa.

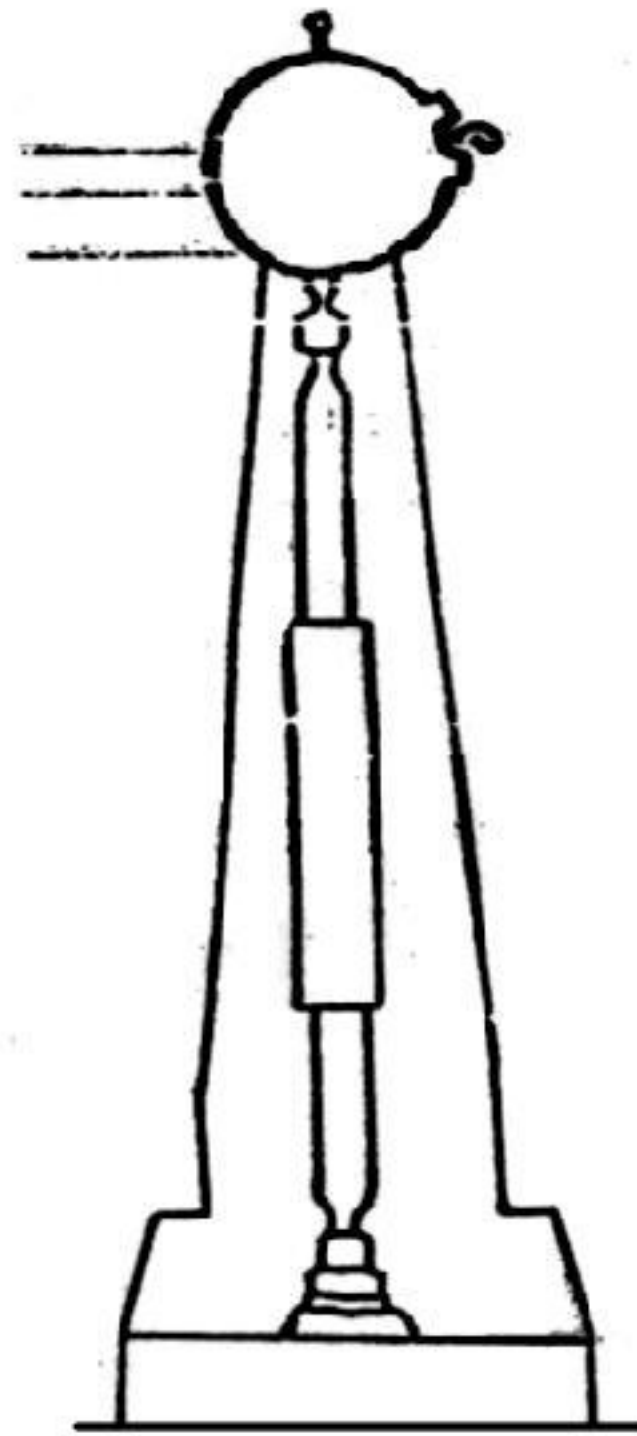
Kapasitas unit pemanasan harus sedemikian rupa dengan beban tekanan uap jenuh maksimum dalam autoclave dapat dinaikkan sampai alat pengukur tekanan uap jenuh maksimum dalam autoclave dapat dinaikkan sampai alat pengukur tekanan menunjukkan 2 MPa selama (45 – 75) menit sejak waktu pemanasan dimulai.

Alat pengatur tekanan otomatis harus dapat dipertahankan tekanan alat pada $(2 \pm 0,07) \text{ MPa}$ selama sekurang-kurangnya 3 jam. Tekanan alat autoclave harus dirancang sedemikian rupa sehingga tekanan alat bisa turun dari 2 MPa sampai kurang dari 0,07 MPa dalam waktu 1,5 jam setelah pemanasan dihentikan.

Piringan yang dapat pecah harus dibuat dari bahan yang mempunyai kuat tarik yang relatif tidak sensitif terhadap suhu (20–216) °C.

f) Pembanding panjang

Pembanding panjang digunakan untuk mengukur perubahan panjang benda uji dan memenuhi spesifikasi (lihat Gambar 12).



Gambar 12 – Comparator

7.2.5.3 Suhu dan kelembaban

7.2.5.3.1 Suhu ruang

Jaga suhu ruang, semen kering dan air pereaksi, sesuai dengan 7.2.1.1 butir a).

7.2.5.3.2 Kelembaban

Jaga kelembaban dari ruang lembab sesuai dengan 7.2.1.1 butir b).

7.2.5.4 Peringatan keselamatan

- a) Alat pengukur tekanan harus mempunyai kapasitas 4,0 Mpa (600 psi).

Alat pengukur dengan kapasitas yang terlalu kecil atau terlalu besar dapat menimbulkan bahaya. Bila tekanan kerja lebih besar dari kapasitas alat ukur maka penunjukkan jarum di luar skala, dan sebaliknya dengan kapasitas alat yang lebih besar, penunjukkan jarum menjadi terlalu kecil. Untuk itu penguji harus yakin bahwa penunjuk jarum tidak melewati bagian skala maksimum.

- b) Alat pengukur tekanan harus diuji untuk operasi yang tepat.

Termometer harus selalu digunakan bersama dengan alat pengukur tekanan, yang tujuannya untuk melengkapi pendeteksian penyimpangan alat pengukur tekanan pada operasi yang seharusnya.

- c) Alat pengatur tekanan otomatis harus berfungsi setiap saat.

- d) Atur katup pengaman sehingga akan bekerja pada tekanan (6 – 10) % di atas tekanan maksimum 2,1 MPa, spesifikasi yang ditetapkan dalam metode uji ini yaitu kurang lebih 2,3 Mpa (330 psi). Seandainya pamanufaktur memberikan petunjuk khusus mengenai perawatan katup pengaman, ikutilah petunjuk khusus tersebut, jika tidak ada pemeriksaan katup pengaman 2 kali setiap tahun. Periksa katup pengaman agar terbuka atau diatur supaya terbuka pada tekanan \pm 2,3 Mpa (330 psi). Jauhkan arah pembuangan katup pengaman dari pengujian.

CATATAN Keadaan yang tidak diharapkan mungkin terjadi. Sebagai contoh, dalam satu kejadian pengatur tekanan otomatis tidak berfungsi, katup pengaman macet dan penunjuk pengatur tekanan yang tadinya menunjukkan 0 mendadak naik melampaui batas maksimum dan berhenti pada posisi yang salah. Kondisi pengatur tekanan ini akhirnya diketahui dan tekanan yang tidak diketahui besarnya dilepaskan sebelum kerusakan alat terjadi.

- e) Pengujian pakailah sarung tangan kulit untuk mencegah terbakarnya tangan ketika melepaskan bagian atas autoclave pada akhir pengujian, jauhkan arah katup pembuangan dari pengujian.

Sewaktu melepaskan tutup autoclave, miringkan sehingga uap yang akan dikeluarkan menjauhi pengujian.

Pengujian harus berhati-hati untuk mencegah luka bakar yang disebabkan oleh air panas yang telah digunakan dalam autoclave.

- f) Harus waspada bahwa pada sebagian besar alat autoclave, kembalinya jarum penunjuk ke titik semula atau ke titik awal tidak berarti menunjukkan bahwa tekanan di dalam alat autoclave sudah nol, kemungkinan masih tersisa tekanan yang cukup berbahaya.

7.2.5.5 Jumlah benda uji

Buat paling sedikit satu benda uji.

7.2.5.6 Penyiapan cetakan benda uji

Siapkan cetakan benda uji sesuai dengan Gambar 10.

7.2.5.7 Penyiapan benda uji

7.2.5.7.1 Pencampuran pasta semen

Siapkan pasta yang terdiri dari 650 gram semen dan air yang cukup untuk mendapatkan pasta dengan konsistensi normal. Campurkan adonan pasta sesuai dengan prosedur yang dijelaskan pada Lampiran C. Baik benda uji untuk penentuan waktu pengikatan maupun benda uji untuk pengujian dengan autoclave dapat dibuat dari adonan yang sama. Jika pasta yang digunakan untuk penentuan waktu pengikatan adalah contoh pasta yang telah digunakan untuk penentuan konsistensi normal, seperti diuraikan pada 7.2.3.4.2, maka benda untuk pengujian dengan autoclave dapat segera disiapkan dari pasta yang masih tersedia.

7.2.5.7.2 Pencetakan benda uji

Segera setelah selesai persiapan benda uji untuk pengujian waktu pengikatan, cetak benda uji dalam dua tahap. Setiap tahap dipadatkan dengan ibu jari atau telunjuk dengan menekan pasta ke arah sudut-sudut cetakan dan sepanjang permukaan cetakan, sampai menghasilkan benda uji yang tercampur rata.

Permukaan dipadatkan, kelebihan pasta dipotong hingga rata dengan permukaan cetakan menggunakan pisau aduk, dan haluskan permukaan dengan beberapa gerakan pisau aduk. Selama pengerjaan mencampur dan mencetak kedua tangan dilindungi dengan sarung tangan karet.

7.2.5.7.3 Penyiapan benda uji

Segera letakkan cetakan yang telah terisi pasta dalam ruang lembab selama paling sedikit 20 jam.

Jika dikeluarkan dari cetakan sebelum 24 jam, benda uji harus tetap disimpan dalam ruang lembab sampai waktu pelaksanaan pengujian.

7.2.5.8 Prosedur

- a) Pada 24 jam \pm 30 menit setelah pencetakan, benda uji dikeluarkan dari ruang lembab, segera diukur panjangnya setiap benda uji dengan alat pembanding panjang dan masukkan ke dalam autoclave harus berisi air secukupnya pada suhu (20 – 28) °C, untuk menjaga agar uap tetap jenuh selama pengujian dilakukan.
- b) Untuk memberi kesempatan udara ke luar dari autoclave selama periode pemanasan pendahuluan biarkan katup pelepasan terbuka sampai uap air mulai ke luar (lihat peringatan keselamatan).

Kemudian katup ditutup dan naikan suhu autoclave secara bertahap sampai mendapat tekanan uap 2 MPa selama waktu (45 – 75) menit sejak pemanasan dimulai. Tekanan dijaga ($2 \pm 0,07$) MPa selama 3 jam.

Pada akhir periode 3 jam, pemanasan dihentikan dan autoclave didinginkan secara bertahap sampai mencapai tekanan kurang dari 0,07 MPa dalam waktu kira-kira 1,5 jam. Pada akhir periode 1,5 jam, secara perlahan-lahan sisa tekanan sedikit demi sedikit dilepaskan dengan membuka katup pelepasan sampai tekanan atmosfer tercapai.

Kemudian autoclave dibuka, benda uji dikeluarkan dan kemudian direndam dalam air panas pada suhu di atas 90 °C.

Dalam waktu 15 menit, dinginkan air disekeliling benda uji secara bertahap dengan penambahan air dingin hingga suhu air turun sampai 23 °C.

Jaga air disekeliling benda uji pada suhu 23 °C selama 15 menit, kemudian permukaan benda uji dikeringkan dan diukur kembali panjangnya dengan alat pembanding panjang.

CATATAN Bila dikehendaki pembacaan pada suhu 27 °C disarankan agar benda uji setelah dikeluarkan dari ruang lembab ditempatkan di dalam air yang suhunya dipertahankan pada 27°C untuk sekurang-kurangnya 15 menit, keluarkan dan ukur panjang setiap benda uji dengan alat pembanding panjang, kemudian panaskan dalam autoclave. Setelah selesai keluarkan dari autoclave dan dinginkan benda uji dengan airnya hingga suhu 27 °C dalam 15 menit. Pertahankan benda uji pada suhu tersebut dalam air selama kemudian ukur panjang setiap benda uji dengan alat pembanding panjang.

7.2.5.9 Perhitungan

Hitung perubahan panjang benda uji sebelum dan sesudah pengujian autoclave dalam % (persen) dengan ketelitian 0,01.

Laporkan persentase pertambahan panjang sebagai pemuaian autoclave. Nyatakan pengurangan panjang dengan tanda kurang di muka angka persen.

7.2.6 Penentuan kuat tekan mortar semen hidrolik

Metode uji ini melingkupi penentuan kuat tekan mortar semen hidrolik dengan menggunakan cetakan kubus berukuran sisi 50 mm.

7.2.6.1 Ringkasan metode uji

Adonan yang digunakan terdiri dari 1 bagian berat semen dan 2,75 bagian berat pasir. Semen portland dicampur air dengan faktor air semen tertentu.

Adonan yang telah dimasukkan ke dalam kubus dipadatkan dengan jalan penumpukan ketika kubus berisi setengah dan berisi penuh, benda uji dibiarkan pada cetakan dalam ruang lembab selama 1 hari, buka cetakan dalam ruang lembab selama 1 hari, buka cetakan dan benda uji direndam dalam air yang mengandung kapur sampai waktu pengujian.

7.2.6.2 Tujuan dan penggunaan

Metode uji ini digunakan untuk penentuan kuat tekan mortar semen hidrolik dan hasilnya dapat digunakan untuk mengetahui apakah semen memenuhi spesifikasi. Lebih lanjut, metode uji digunakan sebagai acuan oleh sejumlah spesifikasi dan metode uji lainnya. Hati-hati bila hasil pengujian mortar ini akan digunakan untuk meramalkan kuat tekan betonnya.

7.2.6.3 Peralatan

(1) Berat dan timbangan

Timbangan harus sesuai dengan spesifikasi. Timbangan harus dievaluasi ketelitiannya dan deviasi pada total beban 2 000 gram.

(2) Gelas ukur

Gelas ukur dengan kapasitas tertentu (lebih utama yang besar yang cukup untuk mengukur campuran air dalam pengoperasian tunggal) untuk menghasilkan volume yang diindikasikan pada suhu 20° C. Variasi yang diperbolehkan adalah ± 2 mL. Gelas ukur tersebut dapat dibagi minimal 5 mL, kecuali untuk garis yang dapat diabaikan untuk volume paling kecil 10 mL untuk gelas ukur 250 mL dan volume terkecil 25 mL untuk gelas ukur 500 mL. Garis-garis penunjukkan yang utama harus melingkari gelas ukur tersebut dan diberi nomor.

(3) Cetakan contoh

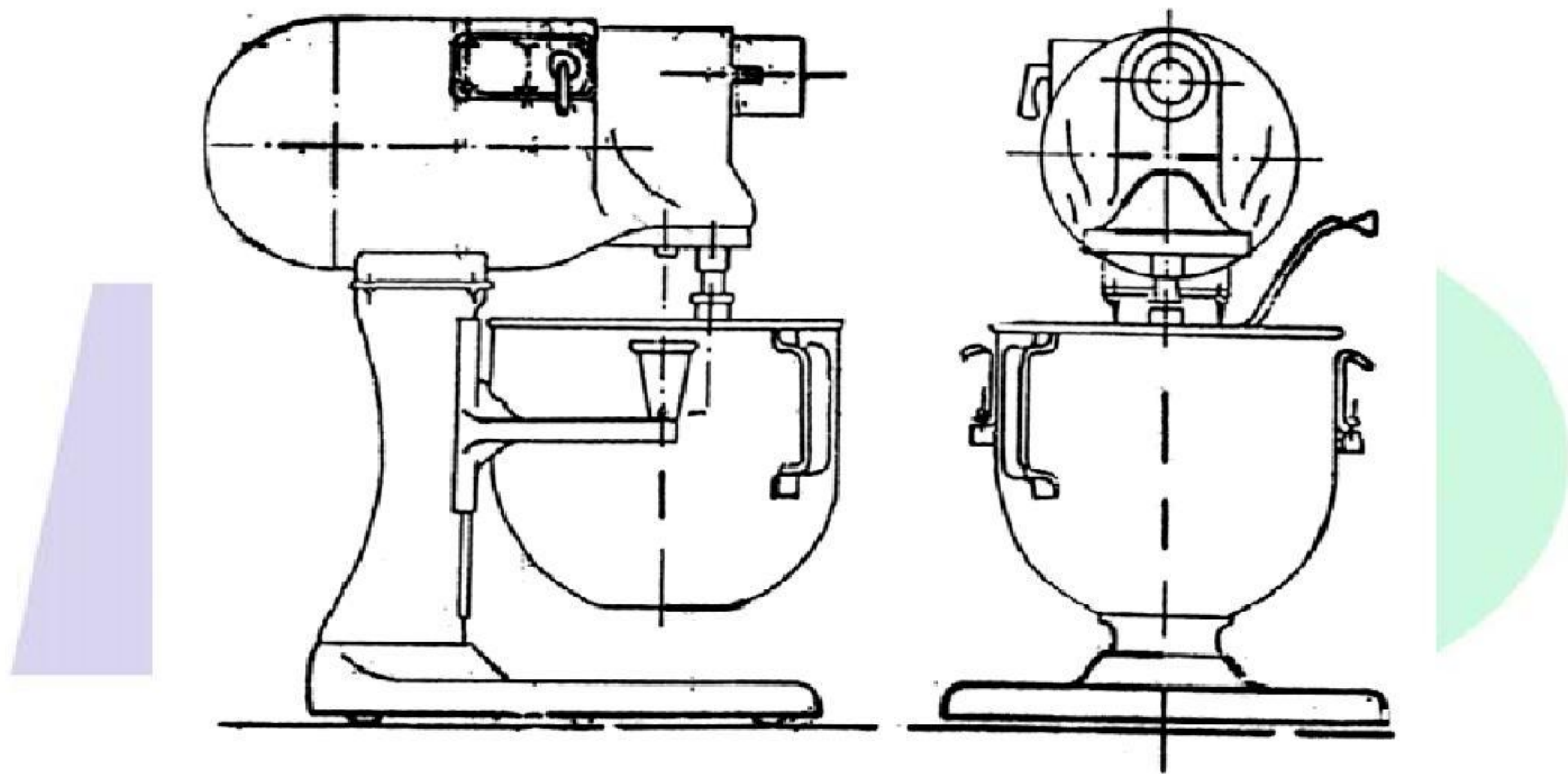
Untuk cetakan kubus bersisi 50 mm harus dipasang secara kuat. Cetakan tidak boleh lebih dari 3 kompartemen dan dipisahkan menjadi tidak lebih dari dua bagian. Bagian-bagian dari cetakan tersebut ketika di rakit menjadi satu unit yang kuat. Cetakan terbuat dari logam yang kuat yang tidak berpengaruh oleh mortar semen. Untuk cetakan yang baru angka *Rockwell Hardness* dari logam tidak boleh kurang dari 55 HRB. Sisi dari cetakan harus memiliki kekakuan yang dapat mencegah pelebaran atau pembengkokkan. Sisi bagian dalam dari cetakan harus rata dan memenuhi toleransi yang ada pada Tabel 16.

Tabel 16 – Variasi yang diperbolehkan dari cetakan cetakan (mm)

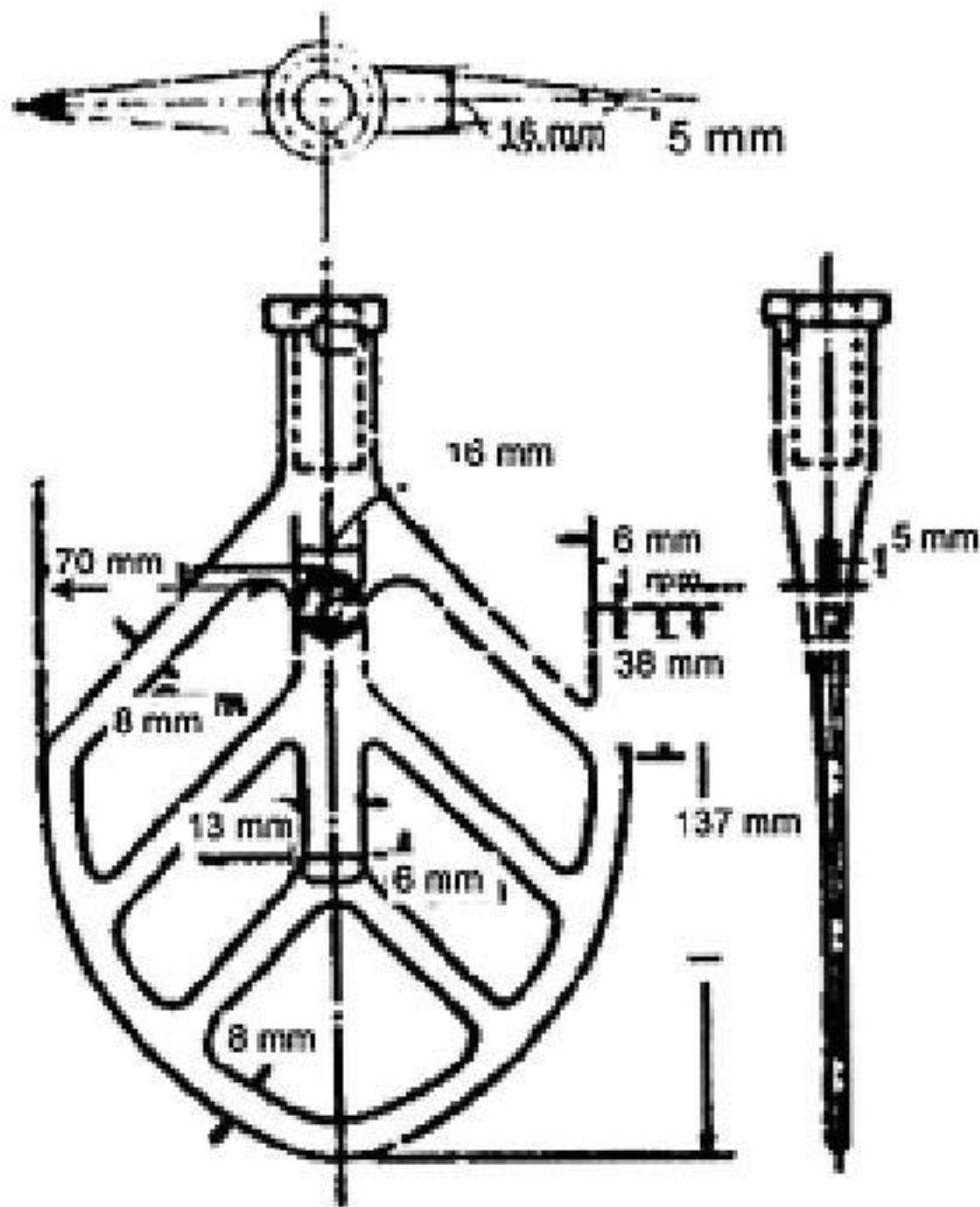
Parameter	Cetakan kubus 50 mm	
	Baru	Sudah digunakan
Kedataran sisi	< 0,025	< 0,05
Jarak antara sisi-sisi yang berlawanan	$50 \pm 0,13$	$50 \pm 0,50$
Tinggi masing-masing kompartemen	$50 + 0,25 - 0,13$	$50 + 0,25 - 0,38$
Sudut antara permukaan yang berdekatan*)	$90^0 \pm 0,5^0$	$90^0 \pm 0,5^0$
CATATAN: *) Diukur pada titik yang dipindahkan sedikit dari persimpangan. Diukur terpisah untuk setiap kompartemen antara semua muka bagian dalam dan muka yang berdekatan dan antara muka bagian dalam dan bagian atas dan dasar bidang dari cetakan.		

(4) Mesin pengaduk, pengaduk dan mangkuk aduk

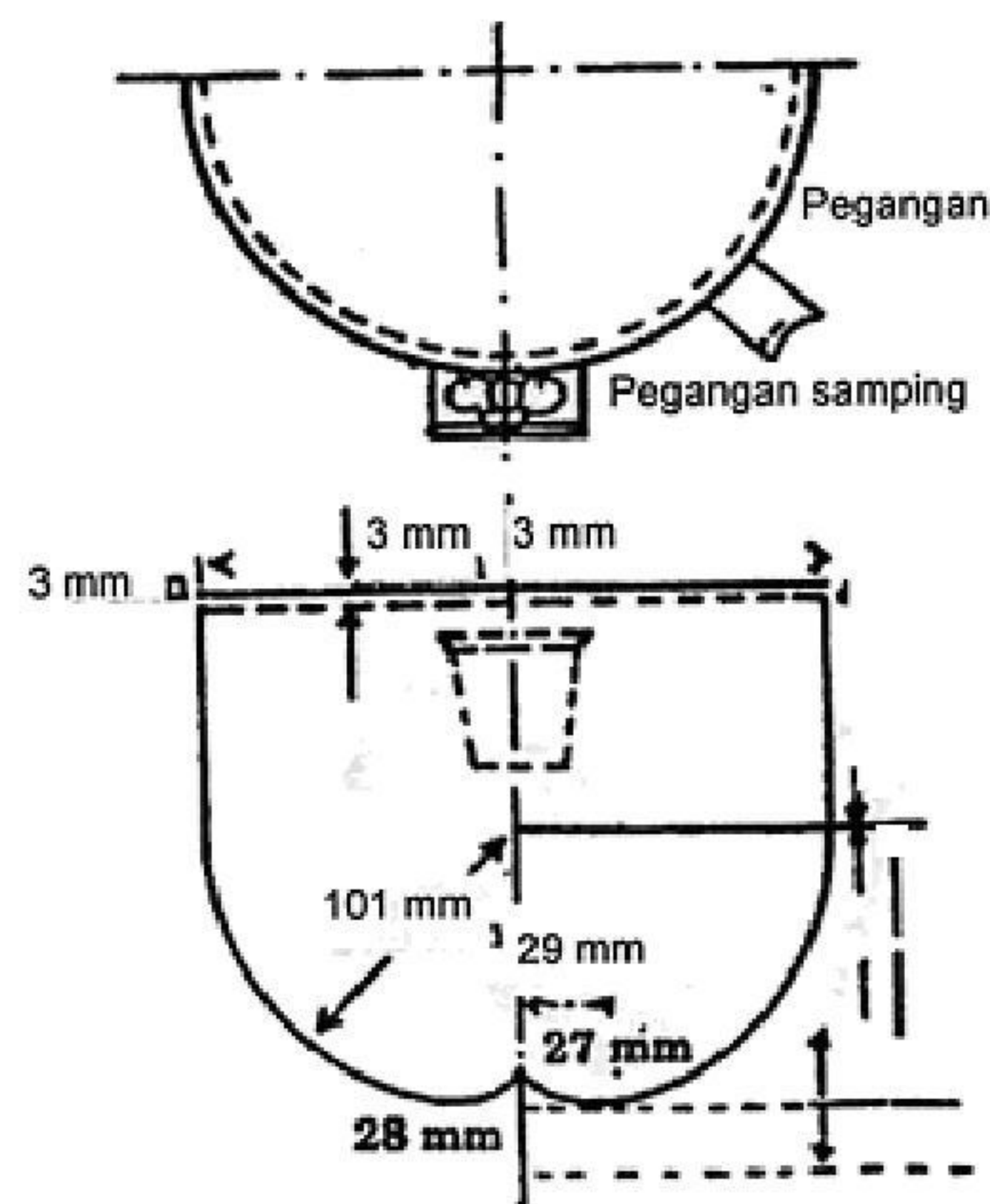
Mesin pengaduk yang digerakkan dengan tenaga listrik dilengkapi dengan pengaduk dan mangkuk. Lihat Gambar 13, Gambar 14 dan Gambar 15.



Gambar 13 – Mesin pengaduk

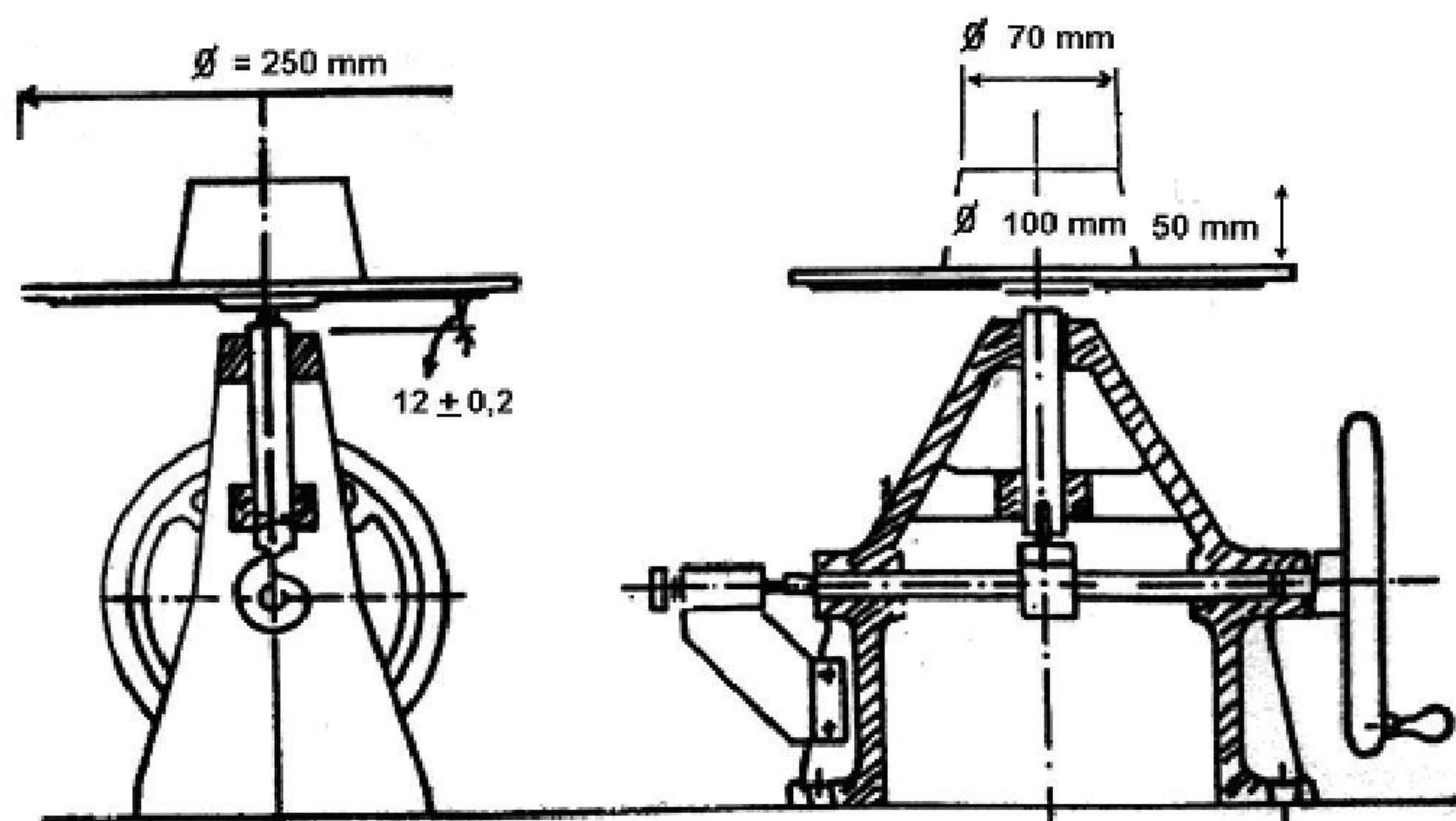


Gambar 14 – Pengaduk



Gambar 15 – Mangkok

- (5) Meja alir dan cetakan alir (lihat Gambar 16)



Gambar 16 – Meja alir

- (6) Penumbuk

Terbuat dari bahan yang non absorpsi, non abrasif, tidak getas, seperti senyawa karet yang mempunyai kekerasan 80 ± 10 skala shore A atau kayu jati yang dibuat non absorpsi, non abrasif, dengan jalan direndam dalam parafin selama 15 menit pada suhu $\pm 200^{\circ}\text{C}$ dan harus mempunyai penampang melintang dengan ukuran (13 x 25) mm, panjang kurang lebih (5 – 6) inci atau (120-150) mm. Muka penumbuk harus rata dan tegak lurus pada pegangannya.

- (7) Pisau aduk, pisau segi tiga dengan tepi lurus ukuran (100-150) mm.

(8) Mesin kuat tekan

Mesin kuat tekan baik tipe hidrolis atau ulir, yang mempunyai bukaan yang memadai antara bidang penekanan atas dan landasan bawah untuk memungkinkan pengujian berbagai ukuran benda uji. Beban yang digunakan pada benda uji harus menunjukkan ketelitian $\pm 1,0\%$. Bidang penekanan atas harus mempunyai tempat duduk berbentuk lingkaran, blok logam yang keras terpasang dengan kuat pada pusat bagian atas mesin.

Bagian pusat lingkaran harus terletak di tengah-tengah permukaan blok sewaktu kontak dengan benda uji. Blok harus terpasang rapat di tempat duduk yang berbentuk lingkaran, tetapi harus bergerak bebas setiap jurusan.

Diagonal atau diameter permukaan landasan harus sedikit lebih besar dari diagonal kubus benda uji untuk memudahkan penempatan benda uji yang tepat di tengah-tengah landasan blok yang keras harus digunakan di bawah benda uji untuk mengurangi keausan pelat mesin.

Permukaan landasan blok yang kontak dengan benda uji harus mempunyai angka kekerasan Rockwell tidak kurang dari 60 HRC.

Permukaan landasan blok harus benar-benar rata dengan kemiringan tidak boleh lebih dari 0,013 mm bila bloknya baru dan harus dijaga dengan variasi yang diperbolehkan sebesar 0,025 mm

CATATAN Diameter landasan blok 79,4 mm, yang cukup luas untuk pengujian silinder 75 mm x 150 mm, asalkan landasan blok bawah mempunyai diameter lebih besar dari diagonal kubus 50 mm tetapi tidak lebih besar dari 74 mm dan terpasang tegak dengan landasan blok atas dan terpasang dengan posisi yang tepat.

7.2.6.4 Pasir standar

Pasir yang digunakan harus memenuhi persyaratan yang terdapat pada Tabel 17 yang bertujuan untuk penilaian, sumber pasir dan hilangnya karakteristik udara yang ada di dalamnya yang tidak diinginkan.

Tabel 17 – Persyaratan pasir standar

Karakteristik Penilaian, presentase yang lolos ayakan	Pasir 20-30	Pasir yang dinilai
No. 16 (1,18 mm)	100	100
No. 20 (850 μm)	85 – 100	
No. 30 (600 μm)	0 - 5	96 – 100
No. 40 (425 μm)		65 – 75
No. 50 (300 μm)		20 – 30
No. 100 (150 μm)		0 – 4
Perbedaan kandungan udara dari mortar yang dibuat dengan menggunakan pasir yang dicuci dan yang tidak dicuci, % udara maksimum	2,0	1,5 ^{A)}
Sumber pasir	Ottawa, 1 L atau Les Suer, Mn	Ottawa, 1L

CATATAN

^{A)} Kuat tekan semen portland dibuat dengan spesifikasi semen portland campur, semen dikurangi kira-kira 4% dari masing-masing persentase udara dalam kubus yang dikompakkan. Sebanyak tiga bak pasir yang dicuci dan tiga bak pasir yang tidak dicuci dibutuhkan untuk mendeteksi suatu perbedaan kekuatan dari 7% antara pasir mortar yang dicuci dan tidak dicuci.

7.2.6.5 Suhu dan kelembaban

7.2.6.5.1 Suhu

Temperatur dari udara sekitar papan pencampur, bahan kering, cetakan, pelat datar dan mangkuk pencampur harus dipertahankan antara 20 °C dan 26 °C. Temperatur dari air pencampur, kelembaban ruang dan air di dalam tangki penyimpanan harus diatur pada (23 ± 2) °C.

7.2.6.5.2 Kelembaban

Kelembaban nisbi dari laboratorium tidak boleh kurang dari 50%.

7.2.6.6 Benda uji

Untuk setiap pengujian harus dibuat 3 atau lebih benda uji.

7.2.6.7 Penyiapan cetakan benda uji

- a) Dengan menggunakan kain yang telah diolesi gemuk atau minyak, buatlah lapisan tipis pada bagian dalam cetakan dan dasar pelat yang non absorpsi. Seka bagian muka cetakan dan dasar pelat dengan kain seperlunya untuk menghilangkan kelebihan pelapis dan untuk menjadikan supaya tipis pada permukaan bagian dalam. Apabila menggunakan pelumas yang disemprotkan, semprotkan secara langsung pada muka cetakan dan dasar pelat dengan jarak antara (150-200) mm untuk memperoleh daya tutup yang sempurna. Setelah penyemprotan, jika perlu seka permukaan dengan kain untuk membuang kelebihan pelumas yang disemprotkan. Lapisan yang menempel dianggap memadai apabila penekanan dengan jari membekas.
- b) Tutup permukaan bagian yang akan disambungkan dengan gemuk sewaktu kedua cetakan digabungkan. Jumlahnya harus cukup sewaktu kedua bagian disatukan kuat-kuat. Buang kelebihan gemuk dengan kain.
- c) Setelah menempelkan cetakan pada dasar pelat (jika tipe klem dibaut) hati-hati hilangkan dengan kain kering setiap kelebihan minyak atau gemuk dari permukaan cetakan dan dasar pelat yang menggunakan pelapis kedap air, sebagai pelapis adalah parafin, *microcritaline wax*, atau campuran dari 3 bagian parafin dan 5 bagian berat rosin. Cairkan pelapis dengan pemanasan antara (110 - 120) °C. Bidang kontak bagian luar antara cetakan dan dasar pelat dibuat kedap air dengan menggunakan pelapis yang telah dicairkan.

CATATAN 1 Karena pelumas dengan semprot menguap, cetakan harus diperiksa pelapisannya sesaat sebelum digunakan. Jika penyemprotan telah lama, perlu disemprot kembali.

CATATAN 2 Penggunaan *straight* parafin diperbolehkan jika terjamin sambungan kedap air, oleh karena kekuatan parafin rendah maka bila cetakan tidak terikat pada dasar pelat harus digunakan campuran parafin dan rosin. Campuran parafin dan rosin mungkin sukar dihilangkan waktu cetakan dibersihkan dan sambungan kedap air, dapat dijamin dengan parafin saja, dengan sedikit memanaskan cetakan dan dasar pelat sebelum menggosok sambungan. Cetakan tersebut di atas harus didiamkan untuk mengembalikan sampai suhu semula.

7.2.6.8 Prosedur

7.2.6.8.1 Komposisi mortar

- Rasio perbandingan yang proposional dari mortar standar adalah satu bagian berat semen dengan 2,75 bagian berat pasir standar yang dinilai. Faktor air-semen adalah 0,485 untuk semua jenis semen portland dan 0,460 untuk jenis semen portland yang mengandung udara. Jumlah air pencampur untuk jenis semen lain sedemikian rupa sehingga menghasilkan suatu laju alir 110 ± 5 dan dinyatakan sebagai persen berat terhadap semen.
- Kuantitas dari bahan yang akan dicampur pada waktu yang sama di dalam suatu kumpulan mortar untuk membuat enam dan sembilan contoh uji adalah sebagai berikut:

Tabel 18 – Komposisi mortar

Material	Jumlah benda uji	
	6	9
Semen (gram)	500	740
Pasir (gram)	1 375	2 035
Air (mL)		
- Portland	242	359
- Portland yang mengandung udara	230	340
- Lain-lain (dengan laju alir 110 ± 5)	---	---

7.2.6.8.2 Persiapan mortar

Dicampur secara mekanik berdasarkan prosedur Lampiran C.

7.2.6.8.3 Penetapan alir

Seka, bersihkan dan keringkan bagian atas meja alir secara hati-hati, dan tempatkan cetakan alir ditengahnya. Letakkan lapisan mortar dengan ketebalan ± 25 mm dalam cetakan dan tumbuk 20 kali dengan penumbuk. Tekanan penumbukkan harus diatur sedemikian rupa sehingga cukup mengisi bagian cetakan serba sama.

Kemudian isi cetakan dengan mortar dan tumbuk seperti pada lapisan pertama. Iris mortar untuk mendapatkan permukaan yang rata, ratakan bagian atas cetakan dengan menggunakan sisi yang lurus dari pisau aduk (hampir tegak lurus pada cetakan) dengan gerakan menggergaji bagian atas cetakan.

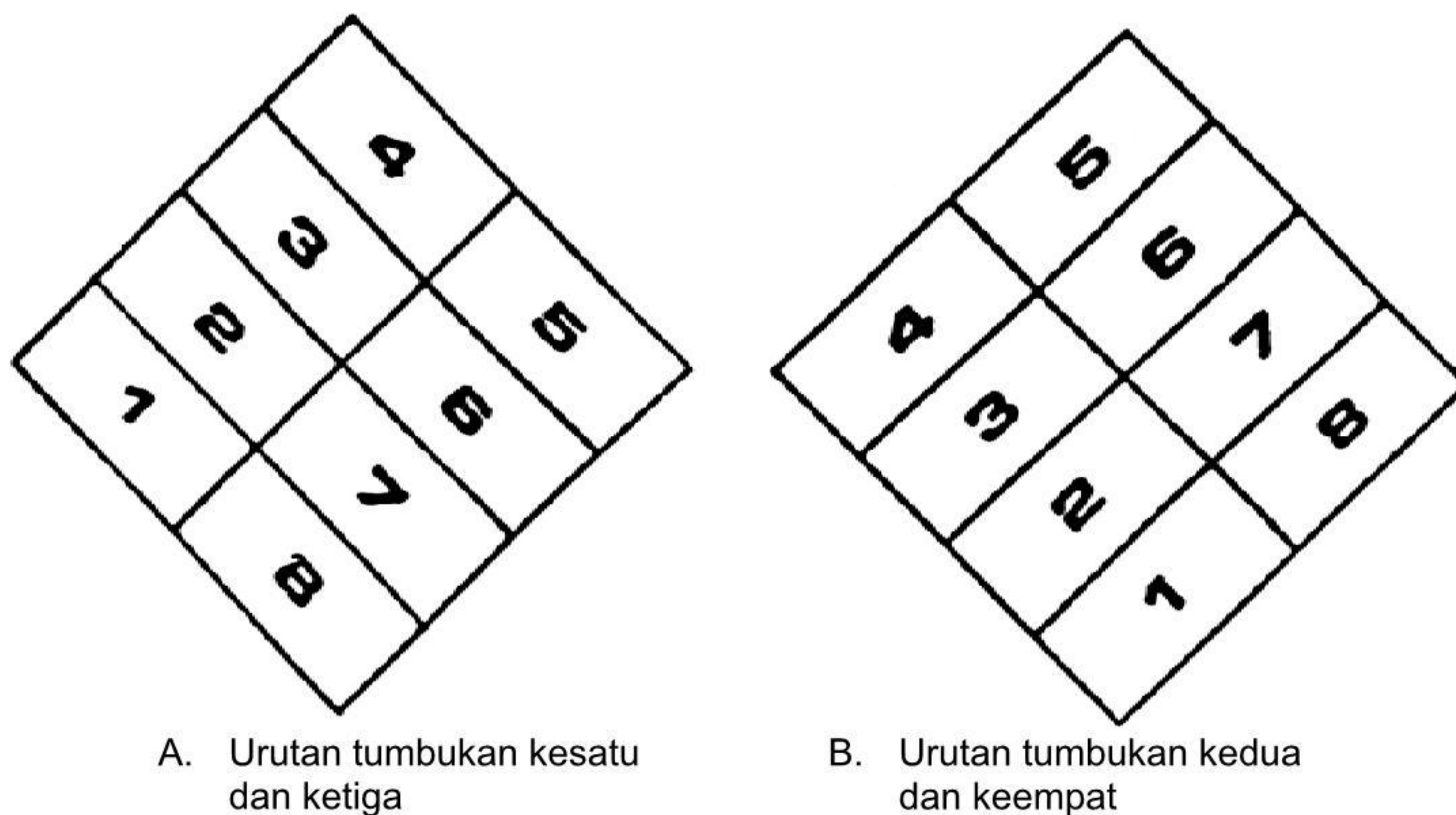
Seka meja alir sampai bersih dan kering, dengan hati-hati untuk menghilangkan air dari sekeliling sudut cetakan. Angkat cetakan dari mortar 1 menit setelah pengerjaan selesai.

Segera turunkan meja setinggi 13 mm sebanyak 25 kali dalam 15 detik. Aliran adalah hasil penambahan diameter rata-rata dari tumpukan mortar, diukur sekurang-kurangnya 4 tempat pengukuran, dinyatakan sebagai presentase dari diameter dasar semula.

Lakukanlah percobaan dengan mortar yang presentase airnya divariasikan sampai diperoleh aliran yang diinginkan. Tiap kali melakukan percobaan memakai mortar baru.

7.2.6.8.4 Pencetakan benda uji

- a) Biarkan mortar dalam mangkuk pengaduk, aduk selama 90 detik tanpa penutup. Selama selang waktu 15 detik pertama, segera bersihkan mortar yang menempel pada dinding mangkuk.
Kemudian aduk kembali selama 15 detik pada kecepatan sedang.
Segera setelah pengadukan selesai, pengaduk digoyangkan untuk melepas mortar yang menempel dan masukkan ke dalam mangkuk.
- b) Apabila duplikat diinginkan, kembalikan mortar dari meja alir ke mangkuk. Segera turunkan yang menempel pada dinding mangkuk dan kemudian aduk kembali seluruh adonan selama 15 detik pada kecepatan sedang.
Setelah pencampuran selesai, pengaduk harus digoyangkan untuk membuang kelebihan mortar dalam mangkuk.
- c) Apabila adonan duplikat diperlukan untuk uji tambahan, pengujian alir ditiadakan dan mortar dibiarkan dalam mangkuk pengaduk selama 90 detik tanpa penutup. Selama 15 detik terakhir, segera bersihkan mortar yang menempel pada dinding mangkuk. Kemudian aduk kembali selama 15 detik pada kecepatan sedang, setelah pengadukan selesai, goyang-goyangkan pengaduk ke dalam menjatuhkan mortar yang menempel ke dalam mangkuk pengaduk.
- d) Mulailah pencetakan benda uji dengan waktu tidak lebih dari 2 menit dan 30 detik setelah selesai pengadukan. Tempatkan lapisan mortar setebal ± 25 mm (kira-kira $\frac{1}{2}$ kedalaman cetakan) pada semua ruang cetakan kubus. Tumbuk mortar dalam masing-masing ruang kubus sebanyak (4 X 8) tumbukan dalam waktu ± 10 detik, tumbukan pada putaran ke-2 putaran selanjutnya, harus tegak lurus terhadap putaran tumbukan terdahulu dan terdiri atas 8 tumbukan yang berdekatan satu sama lain pada permukaan benda uji, seperti dijelaskan dalam Gambar 17. Tekanan penumbukan harus cukup untuk menyakinkan pengisian cetakan serba sama. Penumbukan yang terdiri dari 4 putaran (32 tumbukan) harus selesai untuk satu kubus sebelum dilanjutkan ke kubus yang lainnya. Bila penumbukkan lapisan pertama pada semua ruang kubus telah selesai, isilah kubus dengan sisa mortar dan kemudian ditumbuk seperti pada lapisan yang pertama tadi. Selama penumbukan lapisan, usahakan agar mortar yang mencuat ke atas cetakan, dikembalikan ke cetakan setelah setiap putaran penumbukan selesai, dengan jalan menggunakan sarung tangan. Setelah tiap kali penumbukkan selesai, puncak dari kubus harus sedikit lebih tinggi dari puncak cetakan. Ambil mortar yang mencuat ke atas cetakan dengan pisau aduk dan ratakan cetakan dengan bagian yang rata dari pisau aduk, masing-masing satu kali melalui puncak tiap-tiap kubus dengan gerakan tegak lurus terhadap panjang cetakan. Kemudian, untuk tujuan meratakan mortar yang mencuat ke atas dan menjadi serba sama ketebalannya, irislah bagian yang datar dari pisau aduk sekali lagi sepanjang cetakan. Iris kembali mortar sampai datar permukaannya dengan puncak cetakan dengan jalan mengiris sisi yang lurus dari pisau aduk (hampir tegak lurus dengan cetakan) dengan gerakan menggergaji sepanjang cetakan.



Gambar 17 – Urutan tumbukan

e) Penyimpanan benda uji

Segera setelah pencetakan benda uji selesai, tempatkan benda uji dalam ruang lembab, jaga agar benda uji segera setelah pencetakan berada dalam cetakan yang disimpan di atas dasar pelat di dalam ruangan lembab selama (20-72) jam, dengan permukaan atasnya kontak dengan udara lembab tetapi harus dihindarkan dari tetesan air.

Bila benda uji dikeluarkan dari cetakan sebelum 24 jam, jaga agar benda uji selalu berada dalam ruang lembab sampai umur pengujian 24 jam.

Kemudian rendam (kecuali untuk pengujian 24 jam) dalam ruang penyimpanan yang terbuat dari bahan yang tidak berkarat dan berisi air kapur jenuh, jaga agar air di dalam ruang tetap jernih, bila perlu diganti airnya.

f) Penentuan kekuatan tekan

Segera lakukan pengujian setelah benda uji dikeluarkan dari ruang lembab khususnya untuk benda uji untuk umur pengujian 24 jam dari air rendaman untuk pengujian-pengujian umur yang lain, diuji kekuatan tekannya sampai pecah dengan ketentuan waktu sebagai berikut:

Tabel 19 – Toleransi waktu pengujian

Umur Pengujian	Toleransi yang diperbolehkan
24 jam	$\pm 0,5$ jam
3 hari	± 1 jam
7 hari	± 3 jam
28 hari	± 12 jam

Jika lebih dari satu benda uji pada saat sama yang dikeluarkan dari ruang lembab, untuk pengujian 24 jam lindungi masing-masing benda uji tersebut dengan kain basah sampai waktu pengujian dilaksanakan. Untuk pengujian dengan umur pengujian yang lain, jika lebih dari satu benda uji pada waktu yang sama dikeluarkan dari air rendaman untuk diuji, pelihara benda uji dalam air pada suhu $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ dan masing-masing benda uji terendam sempurna hingga pengujian dilaksanakan. Seka setiap benda uji sampai kondisi permukaan kering permukaan dan hilangkan butiran-butiran pasir yang lepas atau lapisan kasar dari permukaan yang akan kontak dengan landasan blok mesin uji.

Periksa permukaannya dengan menggunakan mistar lurus (CATATAN 1). Jika terdapat lekukan, gosok permukaannya hingga rata atau buang benda uji, secara periodik periksalah penampang melintang benda uji.

CATATAN 1 Permukaan benda uji hasil pengujian akan lebih rendah dari sebenarnya jika permukaan tidak benar-benar rata. Oleh karena itu, cetakan benda uji harus dijaga kebersihannya, jika tidak akan terbentuk permukaan yang tidak beraturan. Untuk mencegah keausan gunakan alat pembersih cetakan yang lebih lunak dari logam cetakannya. Dalam hal permukaan benda uji perlu dihaluskan, dapat dilakukan dengan cara menggosok benda uji dengan kertas ampelas halus atau dengan kain yang ditempelkan ke bidang permukaan dengan menggunakan sedikit tekanan. Penggosokan bidang permukaan yang tidak rata dari benda uji yang lebih besar dari beberapa peratus mm sulit dilakukan, dalam hal ini sebaiknya benda uji dibuang saja.

Berikan beban pada permukaan benda uji yang pada pencetakannya kontak dengan permukaan yang rata dari cetakan.

Hati-hati, tempatkan benda uji pada mesin uji tepat di bawah titik pusat dari landasan blok atas. Sebelum dilakukan pengujian pada masing-masing kubus, pastikan bahwa blok tempat dudukan berbentuk lingkaran bebas bergerak. Tidak boleh menggunakan bantalan.

Beban awal, dengan laju penekanan yang diinginkan, dapat diberikan sampai setengah dari beban maksimum benda uji yang diperkirakan mempunyai beban maksimum lebih besar dari 13,3 KN.

Jangan berikan beban awal terhadap benda uji yang diperkirakan mempunyai beban maksimum kurang dari 13,3 KN.

Atur laju penekanan sedemikian rupa sehingga sisa beban (atau seluruh beban dalam hal beban maksimum diperkirakan kurang dari 13,3 KN), diberikan tanpa terhenti, sampai pecah pada laju penekanan sedemikian rupa sehingga beban maksimum akan tercapai, tidak kurang dari 20 detik, juga tidak lebih dari 80 detik sejak penekanan dimulai.

Jangan lakukan perubahan pada alat pengatur dari mesin uji kuat tekan pada saat benda uji sedang ditekan dan belum pecah.

CATATAN 2 Dianjurkan untuk mengoleskan pelapisan tipis dari minyak mineral ringan yang bemutu baik pada dudukan yang berbentuk lingkaran dari landasan blok atas.

7.2.6.9 Perhitungan

Catat beban maksimum total yang ditunjukkan oleh mesin penguji, dan hitung kuat tekan berdasarkan rumus di bawah ini:

$$F_m = P/A$$

Keterangan:

F_m adalah kuat tekan dalam psi atau MPa;
 P adalah beban maksimum total dalam N;
 A adalah luas dari permukaan yang dibebani dalam mm².

Untuk cetakan kubus 50 mm yang digunakan untuk penentuan kuat tekan, baik itu dengan menggunakan satuan *inch-pound* atau satuan Sistem Internasional. Bagaimanapun juga ketetapan unit untuk beban dan luas harus digunakan untuk menghitung kuat tekan dalam satuan yang dipilih. Jika penampang luas dari suatu cetakan bervariasi lebih dari 1,5% dari angka, gunakan luas yang sebenarnya untuk perhitungan kuat tekan. Kuat tekan dari seluruh uji terima cetakan dibuat dari contoh yang sama dan diuji pada perioda yang sama harus dirata-ratakan dan dilaporkan sampai nilai terdekat dengan 10 psi (0,1 MPa).

7.2.6.10 Kegagalan benda uji dan uji ulang

- Dalam penentuan kuat tekan, jangan permasalahan cetakan yang secara nyata salah.
- Julat maksimum yang diperbolehkan antara cetakan dari bak mortar yang sama, pada waktu uji yang sama adalah 8,7% dari nilai rata-rata pada saat tiga kubus mewakili suatu uji umur dan 7,6% pada saat dua kubus mewakili suatu uji umur.

CATATAN Kemungkinan pertambahan julat adalah 1 di dalam 100 pada saat koefisien bak dalam bervariasi dalam rentang 2,1%. Nilai 2,1% merupakan nilai rata-rata untuk laboratorium-laboratorium yang berpartisipasi dalam program contoh referensi semen portland dan semen masonry dari laboratorium referensi semen dan beton.

- Jika julat dari tiga cetakan melebihi maksimum yang dispesifikasi pada 7.2.6.10 butir b), buang hasil yang berbeda paling banyak dari rata-rata dan cek julat dari dua cetakan sisa. Buat suatu uji ulang dari contoh tersebut jika kurang dari dua cetakan sisa setelah membuang cetakan yang cacat atau membuang uji yang gagal memenuhi kesesuaian dengan julat maksimum yang diperbolehkan dari dua cetakan.

7.2.6.11 Ketelitian dan penyimpangan

Ketelitian dari metode uji ini tertera pada Tabel 20 dan didasarkan pada hasil dari laboratorium acuan semen dan beton program contoh acuan. Ketelitian tersebut dikembangkan dari data dimana suatu uji menghasilkan rata-rata uji kuat tekan dari tiga kubus yang dicetak dari bak mortar tunggal dan diuji pada umur yang sama. Perubahan nyata dalam ketelitian tidak dapat diperoleh apabila hasil uji merupakan rata-rata dari dua kubus, tidak sebagaimana kalau dipakai rata-rata 3 kubus.

Tabel 20 – Ketelitian

Semen portland dengan Faktor air:semen tetap	Umur uji (hari)	Koefisien variasi 1 dtk % ^A	Julat yang bisa diterima dari hasil uji dalam 2 detik % ^A
Lab. Tunggal	1	3,1	8,7
	3	3,9	10,9
	7	3,9	10,9
	28	3,8	10,6
Rata-rata		3,7	10,4
Multi Lab.	1	7,3	20,4
	3	6,8	19,0
	7	6,6	18,5
	28	6,5	18,2
Rata-rata		6,6	18,5
Semen Portland campur Laju alir mortar tetap			
Lab. Tunggal	3	4,0	11,3
	7	3,8	10,7
	28	3,4	9,6
Rata-rata		3,8	10,7
Multi Lab.	3	7,8	22,1
	7	7,6	21,5
	28	7,4	20,9
		7,6	21,5
Semen Mansory Laju alir mortar tetap			
Lab. Tunggal	7	7,9	22,3
	28	7,5	21,2
Rata-rata		7,7	21,8
Multi lab.	7	11,8	33,4
	28	12,0	33,9
Rata-rata		11,9	33,7
CATATAN			
^A mewakili masing-masing dari (1S %) dan (d2s %) seperti diterangkan pada <i>ASTM Practice C 670</i>			

Pernyataan ketelitian dapat digunakan untuk mortar yang dibuat dari campuran semen, dan diuji pada usia yang dicatat. Batasan yang tepat biasanya lebih besar untuk uji pada umur yang lebih muda dan sedikit lebih kecil untuk uji pada umur yang lebih tua.

Penyimpangan prosedur yang ada pada metode uji ini tidak memiliki penyimpangan, karena nilai-nilai dari kuat tekan didefinisikan dalam persyaratan metode uji.

7.2.7 Pengujian cepat kaku dari semen portland (metode pasta)

Metode uji ini meliputi penentuan cepat menjadi kaku dari semen portland.

7.2.7.1 Batasan

Cepat kaku perkembangan menjadi kaku yang terjadi lebih awal dalam karakteristik kerja pasta semen portland, mortar atau beton. Batasan ini mencakup pengikatan semu dan pengikatan cepat.

- a) Pengikatan semu: pengembangan menjadi kaku yang terjadi lebih awal dalam karakteristik kerja pasta semen portland, mortar atau beton tanpa evolusi banyak panas, yang kekakuannya dapat dihilangkan dan plastisitasnya diperoleh kembali dengan pengadukan lanjut tanpa penambahan air.
- b) Pengikatan cepat: pengembangan menjadi kaku yang terjadi lebih awal dalam karakteristik kerja pasta semen portland, mortar atau beton, biasanya dengan evolusi panas yang agak besar, yang kekakuannya tidak dapat dihilangkan dan plastisitasnya tidak dapat diperoleh kembali dengan pengadukan lanjut tanpa penambahan air.

7.2.7.2 Ringkasan metode uji

Pasta disiapkan dari semen yang akan diuji, dengan menggunakan sejumlah air yang cukup untuk memberikan penetrasi awal yang diperlukan, yang diukur dengan menggunakan alat vicat, dalam jumlah waktu tertentu setelah pencampuran selesai.

Penetrasi kedua, yang disebut juga penetrasi akhir, diukur dalam jumlah waktu yang ditentukan kemudian.

Perbandingan antara penetrasi akhir dan penetrasi awal dihitung dalam presentasi.

7.2.7.3 Tujuan dan penggunaan

- a) Metode uji ini untuk menentukan tingkat perkembangan cepat kaku dari pasta semen atau untuk menetapkan semen tersebut memenuhi batas spesifikasi cepat kaku atau tidak.
- b) Apabila digunakan untuk memastikan semen memenuhi batas spesifikasi yang ditentukan, spesifikasi yang diperlukan biasanya dinyatakan dalam harga minimum penetrasi akhir yang diizinkan, dalam persen, hitung sesuai dengan 7.2.7.8. Apabila digunakan untuk memperkirakan kecenderungan relatif cepat kaku dari semen, keterangan tambahan harganya dapat diperoleh jika prosedur pengadukan ulang seperti diuraikan pada 7.2.7.7 dilakukan.

Dalam beberapa kondisi, untuk membedakan kecenderungan kurang presisten dan kurang nyata terhadap cepat kaku dengan semen yang mempunyai yang lebih konsisten dan lebih jelas dalam dilihat dengan membandingkan sifat-sifat kondisi pengadukan ulang dari kedua semen tersebut.

- c) Pengikatan semu yang sangat cepat dari semen dapat menimbulkan kesulitan pada penanganan dan pengecoran, tetapi hal ini tidak akan terjadi apabila beton tersebut diaduk lebih lama dari biasanya, hal ini biasa dilakukan selama mengangkut adukan beton atau bila diaduk terlebih dahulu sebelum pengecoran, seperti yang biasa dilakukan di tempat pengecoran.

Kekakuan semen akibat pengikatan semu yang cepat akan segera terlihat bila betonnya diaduk dalam waktu yang singkat dalam alat pengaduk stasioner dan dibawa ke tempat pengecoran tanpa alat yang memberikan pengadukan, seperti pada pekerjaan perkerasan jalan.

- d) Semen dengan pengikatan semu yang sangat cepat biasanya memerlukan air sedikit lebih banyak untuk menghasilkan konsistensi yang sama, yang dapat menghasilkan kuat tekan sedikit lebih rendah dan memperbesar penyusutan.
- e) Pengikatan cepat akan menyebabkan kesulitan dalam penanganan dan pengecoran beton yang biasanya akan menyebabkan semen gagal memenuhi persyaratan waktu pengikatan.

7.2.7.4 Peralatan

- a) Alat vicat, sesuai dengan 7.2.3.2 butir c).
- b) Pisau, pisau segi tiga dengan tepi lurus berukuran (100-150) mm.
- c) Mesin pengaduk, mangkuk, pengaduk, penggaruk.
- d) Gelas ukur, sesuai dengan spesifikasi.

7.2.7.5 Pereaksi

Air pencampur, air suling

7.2.7.6 Suhu dan kelembaban

- a) Suhu ruang, bahan-bahan kering, pengaduk, mangkuk, cincin ebonit dan pelat dasar adalah $23,0 \pm 3$ °C. Suhu air campur dikondisikan pada suhu $23,0 \pm 2,0$ °C.
- b) Kelembaban ruang lembab harus sesuai dengan 7.2.1.1 butir b).

7.2.7.7 Prosedur

7.2.7.7.1 Penyiapan pasta semen

Campuran pasta semen

Campurkan 500 gram semen dengan air secukupnya untuk menghasilkan pasta dengan penetrasi awal (32 ± 4) mm menggunakan prosedur sebagai berikut:

- Pasang pengaduk dan mangkuk kering dimesin pengaduk.
- Masukkan semua air pencampur dalam mangkuk.
- Tambahkan semen dan biarkan selama 30 detik sehingga air diserap.
- Jalankan mesin pengaduk dan aduk pada kecepatan rendah (140 ± 5) rpm selama 30 detik.
- Hentikan pengadukan selama 15 detik dan dalam waktu ini turunkan adukan yang mungkin menempel pada dinding mangkuk.
- Jalankan pengaduk pada kecepatan sedang (285 ± 10) rpm dan aduk selama 2,5 menit.

7.2.7.7.2 Pencetakan benda uji

Segera bentuk pasta semen menjadi bola-bola dengan tangan yang memakai sarung. Tekan bola yang terletak disalah satu telapak tangan, masukkan ke ujung yang lebih besar dari ring ebonit G, yang dipegang pada tangan yang lain, lanjutkan pengisian pasta ke dalam cincin.

Buang kelebihan pasta pada ujung yang lebih besar dari cincin dengan sekali gerakan telapak tangan. Tempatkan ujung yang lebih besar dari ring pada pelat gelas, H, dan iris kelebihan pasta pada ujung yang lebih kecil pada bagian atas dari cincin dengan sekali gerakan dari pisau segitiga tajam yang dipegang sedikit miring terhadap permukaan atas cincin ebonit.

Bila perlu haluskan bagian atas benda uji, dengan satu atau dua sentuhan dengan ujung pisau pengaduk. Selama pemotongan dan penghalusan jangan sampai pasta ditekan.

7.2.7.7.3 Penentuan penetrasi awal

Letakkan pasta dalam cincin ebonit pada pelat gelas H, di bawah batang B (Gambar 8), kira-kira $1/3$ diameter dari tepi dari ujung peluncur, C, harus bersentuhan dengan ruang pasta dan kencangkan sekrup E.

Kemudian atur indikator F tepatkan pada bagian tanda nol sebelah atas dari skala, dan luncurkan batang tepat 20 detik setelah selesai pengadukan.

Alat harus bebas dari getaran selama pengujian. Apabila batang telah meluncur (32 ± 4) mm di bawah permukaan pasta dalam waktu 30 detik setelah peluncuran, berarti pasta telah mencapai konsistensi yang tepat. Buat percobaan pasta dengan variasi persentasi air hingga didapatkan konsistensi yang tepat.

Konsistensi ini adalah penetrasi awal. Selama selang waktu 30 detik untuk penetapan penetrasi awal kembalikan kelebihan pasta ke dalam mangkuk dan kemudian tutup mangkuk dan pengaduk.

7.2.7.7.4 Penentuan penetrasi akhir

Setelah selesai pembacaan awal, angkat peluncur dari pasta, bersihkan kemudian cincin serta pelat diatur kembali pada posisi yang baru.

Pengerjaan ini harus dilaksanakan dengan sedikit mungkin gangguan pada pasta dalam cincin vicat. Kemudian peluncur disentuhkan pada permukaan pasta, kencangkan sekrupnya dan atur indikator F tepat pada bagian atas skala.

Lepaskan peluncur untuk kedua kalinya 5 menit \pm 10 detik setelah selesai pengadukan dan catat penetrasi akhir 30 detik setelah batang diluncurkan.

7.2.7.7.5 Penentuan penetrasi pengadukan ulang

Apabila penetrasi telah ditentukan dengan prosedur di atas ternyata semen menjadi kaku seketika, informasi tentang sifat cepat kaku dapat diperoleh dengan pengujian sebagai berikut:

- Setelah selesai pengukuran penetrasi 5 menit, segera kembalikan pasta ke dalam mangkuk.
- Jalankan mesin pengaduk, naikkan mangkuk ke arah posisi mengaduk dan aduk kembali isi mangkuk pada kecepatan sedang, (285 ± 10) rpm selama 1 menit.
- Isi cincin dan catat penetrasi dengan mengikuti prosedur yang ditetapkan dalam butir pencetakan benda uji dan penentuan penetrasi awal 7.2.7.7.2 dan 7.2.7.7.3.

7.2.7.8 Perhitungan

Hitung persen penetrasi akhir, didasarkan pada perbandingan penetrasi akhir terhadap penetrasi awal, sebagai berikut:

$$\% P = \frac{B}{A} \times 100$$

Keterangan:

- P adalah persen penetrasi akhir;
A adalah penetrasi awal, mm;
B adalah penetrasi akhir, mm.

7.2.7.9 Laporan

Laporkan hasil uji sebagai berikut :

Penetrasi awal.....mm.

Penetrasi akhir.....mm.

Persen penetrasi akhir.....%.

Penetrasi pengadukan ulang.....mm.

7.2.8 Penentuan kalor hidrasi

Metode uji ini meliputi penentuan kalor hidrasi semen hidrolis dengan mengukur kalor pelarutan semen kering dan kalor pelarutan dari semen yang telah terhidrasi selama 7 hari dan 28 hari, perbedaan antara harga tersebut adalah kalor hidrasi selama waktu hidrasi masing-masing.

7.2.8.1 Peralatan

(1) Alat kalorimeter (lihat Gambar 18) terdiri dari

- a) Kalorimeter, terdiri dari termos bermulut lebar, dengan tutup gabus, dinding bagian dalamnya dilapisi dengan bahan yang tahan asam fluorida. Suhu isi termos tidak boleh berubah lebih dari $0,001\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ untuk setiap derajat perbedaan suhu ruang jika diisi dengan 425 gram asam seperti ditetapkan pada 7.2.8.3 butir (2), ditutup dan dibiarkan tanpa diaduk selama 30 menit.

Suhu pada pengecekan tersebut harus mendekati suhu awal pada penentuan.

- b) Kotak isolasi berisi lapisan isolasi dari kapas atau bahan semacam itu, tebalnya paling sedikit 25 mm dan membungkus dinding dan dasar termos, tetapi memungkinkan pengeluaran termos dengan mudah.
- c) Termometer diferensial dan pembanding termometer diferensial yang dapat diatur jenis Beckmann, dengan pembagian skala $0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan mempunyai *range* $6\text{ }^{\circ}\text{C}$. Termometer harus diatur sedemikian rupa sehingga batas dari skala mendekati suhu ruang.

Bagian dari termometer yang akan masuk ke dalam kalorimeter harus dilindungi dengan lapisan yang tahan terhadap asam fluorida.

Termometer dilengkapi dengan lensa pembacaan khusus.

Termometer Beckmann pada keadaan nol dapat ditentukan dengan mencelupkan pada cairan dan membandingkannya dengan termometer pembanding.

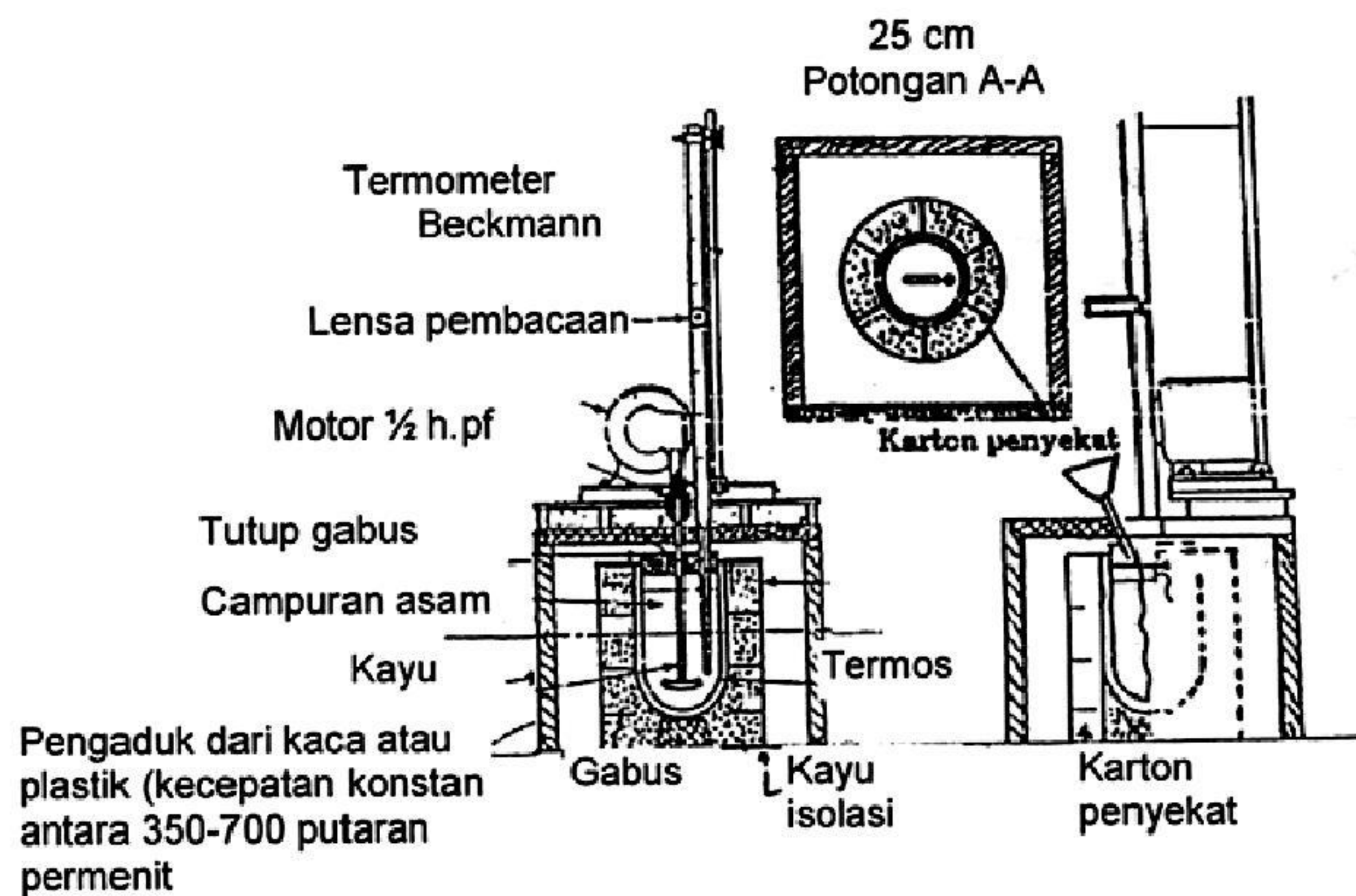
Termometer pembandingan yang akurat dengan *range* $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ditempatkan dekat alat kalorimeter dan digunakan untuk pembacaan suhu dan untuk menempatkan titik nol dari termometer Beckmann.

- d) Corong

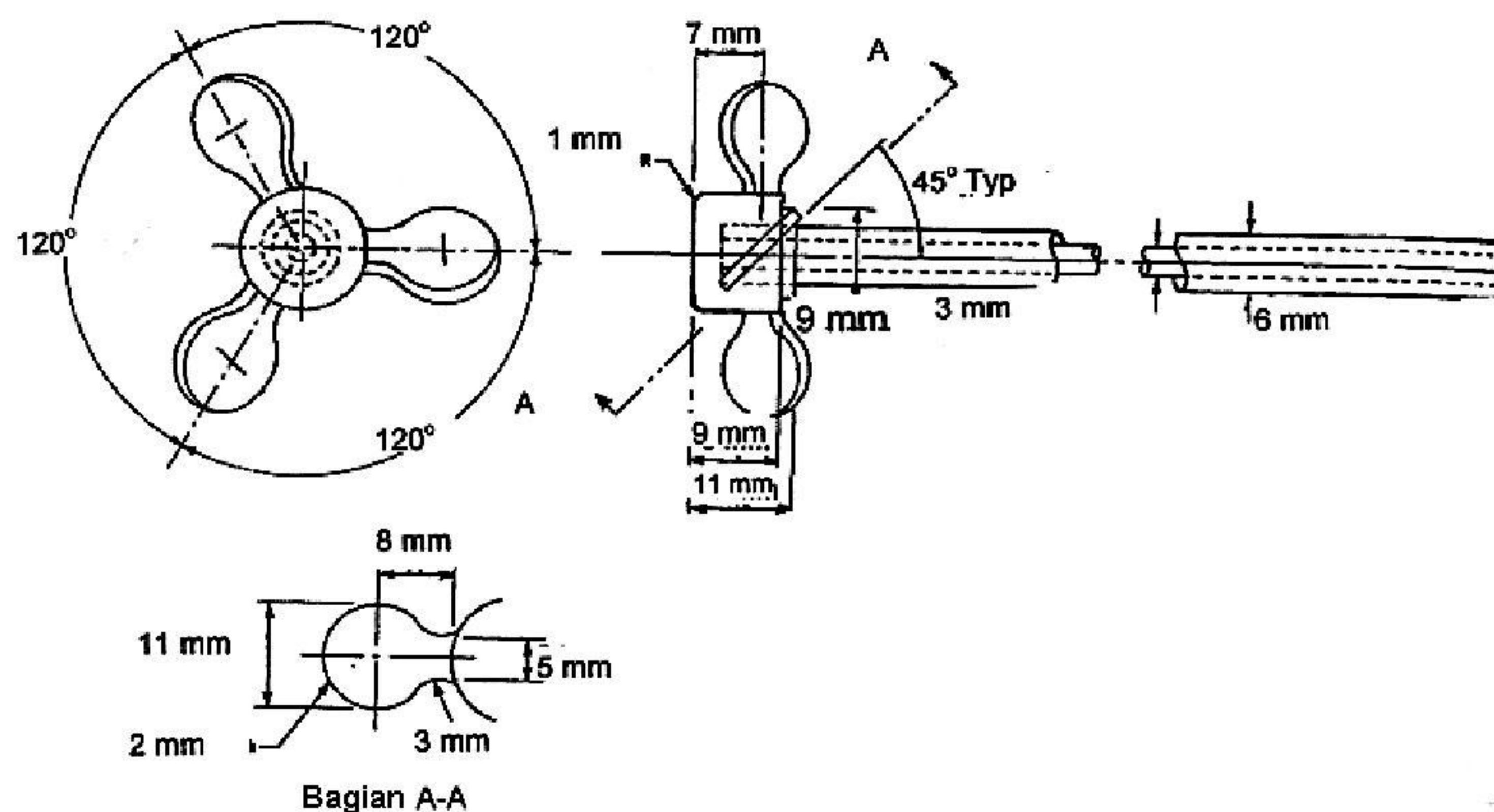
Corong yang digunakan untuk memasukkan contoh pada kalorimeter terbuat dari gelas atau plastik dan mempunyai tangkai dengan panjang $\pm 76\text{ mm}$ dengan diameter dalam tidak kurang dari 6 mm.

- e) Pengaduk

Pengaduk terdiri dari tiga bilah baling-baling terbuat dari polietilen mempunyai ukuran seperti ditunjukkan pada Gambar 19 dan harus masuk ke dalam kalorimeter sedekat mungkin ke dasar kalorimeter. Motor harus mempunyai kecepatan konstan, minimal $1/20\text{ hp}$ (37 W) dan harus dilengkapi dengan roda gigi penurun kecepatan sehingga dapat mengatur suatu kecepatan konstan antara (350 – 700) putaran/menit.



Gambar 18 – Alat kalorimeter



Gambar 19 – Pengaduk kalorimeter

CATATAN Pengaduk seperti ditunjukkan pada Gambar 19 dibuat dari bahan komersial terdiri dari 3 bilah baling-baling polietilena mempunyai diameter baling-baling 34 mm, diameter tangkai 6 mm, panjang tangkai 455 mm. Fungsi dari pengaduk adalah untuk menjaga suhu seluruh cairan seragam dan memberikan pengadukan yang cukup untuk memberikan untuk menjaga bagian padat tersuspensi dalam campuran asam. Penting untuk menjaga kecepatan pengadukan yang konstan karena dalam pengadukan ini menimbulkan kalor.

(2) Mesin pengaduk

Mesin pengaduk yang mempunyai kecepatan sedang, dapat digunakan untuk pengadukan semen dan air untuk membentuk pasta serba sama.

- (3) Lumpang, diameter ± 200 mm, dan penumbuk untuk menghaluskan contoh yang terhidrasi sebagian.
- (4) Botol plastik, berukuran $\pm (80 \times 25)$ mm, dengan penutupnya.
- (5) Oven pengering, yang dapat menjaga suhu $(100 - 110) ^\circ\text{C}$.
- (6) Botol timbang, tinggi ± 40 mm dan lebar ± 25 mm, dengan penutup.
- (7) Alat penghitung waktu.
- (8) Ayakan No. 100 ($150 \mu\text{m}$) dan No 20 ($850 \mu\text{m}$).
- (9) Krusibel, kapasitas 30 mL, dengan penutup untuk penentuan hilang pijar.
- (10) Tungku yang sesuai dan yang mampu menjaga suhu $(900 - 950) ^\circ\text{C}$.
- (11) Timbangan dan batu timbangan sesuai butir spesifikasi.

7.2.8.2 Perekasi dan bahan

- a) Asam fluorida (b.j 1,15)
- b) Asam nitrat (2,00 N)
- c) Asam nitrat (HNO_3 2,00 N) digunakan untuk kalorimeter, harus dipersiapkan dan dibakukan dalam jumlah besar, alternatif lain HNO_3 encer dapat dibuat dengan melarutkan 127 mL asam nitrat pekat per Liter larutan, asalkan setiap penentuan kapasitas kalor dilakukan dengan HNO_3 yang telah dipersiapkan.
- d) Lilin
Lilin parafin atau lilin lainnya yang sesuai, untuk perapat tutup botol.
- e) Seng oksida (ZnO) harus dipanaskan pada $(900-950) ^\circ\text{C}$ selama 1 jam kemudian didinginkan dalam desikator, haluskan hingga lolos ayakan No. 100 ($150 \mu\text{m}$) dan disimpan sebelum menentukan kapasitas kalor, segera panaskan 7 gram ZnO pada suhu $(900-950) ^\circ\text{C}$ selama tidak lebih dari 5 menit, dinginkan hingga suhu ruang dalam desikator, dan timbang dengan teliti untuk dimasukkan ke dalam kalorimeter.

7.2.8.3 Prosedur untuk menentukan kapasitas kalor dari alat

- (1) Untuk menentukan kapasitas kalor sistem (yaitu jumlah kalori I atau Joule yang diperlukan untuk menaikkan suhu kalorimeter dan isinya sebesar $1 ^\circ\text{C}$), ukurlah kenaikan suhu koreksi yang diperoleh dengan melarutkan 7 gram ZnO yang telah dipijarkan dalam campuran asam yang ditetapkan pada 7.2.8.3 butir (2) sampai 7.2.8.3 butir (5).

- (2) Pindahkan ke dalam botol vakum ± 400 gram HNO_3 2 N, yang telah didinginkan sampai suhu bawah yang ditunjukkan pada termometer Beckmann (biasanya sekitar $(4 - 5) ^\circ\text{C}$ di bawah suhu ruang), tambahkan 8 mL HF (b.j 1,15), timbang dan tambahkan HNO_3 2 N secukupnya hingga berat total larutan 425 gram.

Kemudian pasang kalorimeter dan jalankan motor pengaduk. Jaga agar supaya baling-baling atau dinding tidak menyentuh termometer.

Corong bagian bawah harus berada ± 6 mm di bawah permukaan bawah penutup dan paling sedikit 12 mm di atas permukaan cairan.

Ujung atas dari bola termometer beckman harus paling sedikit 38 mm di bawah permukaan cairan.

Kondisi ini harus sama dalam semua penentuan. Setelah periode pengadukan awal minimal 20 menit untuk membawa suhu dari sistem menjadi sama, rekam suhu ruang dengan ketelitian 0,1 °C, suhu asam dengan ketelitian 0,001 °C rekam waktu dan kemudian masukkan ZnO melalui corong dengan kecepatan yang serba sama (CATATAN 1).

Dalam waktu tidak kurang dari satu menit dan tidak boleh lebih dari dua menit masukkan ZnO. Sikat dengan kuas setiap ZnO yang melekat pada batang corong ke dalam campuran asam.

CATATAN 1 Suhu contoh harus sesuai dengan suhu ruang sewaktu contoh dimasukkan ke dalam kalorimeter.

- (3) Setelah contoh dimasukkan, suhu dengan ketelitian 0,001 °C pada 20 menit kemudian pada 40 menit. Periode 20 menit pertama meliputi periode pelarutan yang merupakan kenaikan suhu tanpa koreksi, sedangkan periode 20 menit kedua merupakan periode lanjutan. Perbedaan suhu antara 20 menit dan 40 menit adalah koreksi yang perlu ditambahkan atau dikurangkan dari kenaikan suhu, sesuai apakah suhu kalorimeter naik atau turun selama periode lanjutan.

a) Hitung kenaikan suhu yang dikoreksi sebagai berikut:

$$R_0 = Q_{20} - Q_0$$

$$R = R_0 - (Q_{40} - Q_{20})$$

Keterangan:

R_0 adalah kenaikan suhu yang diamati, °C;
 Q_{20} adalah suhu kalorimeter pada akhir periode pelarutan;
 Q_0 adalah suhu kalorimeter sewaktu contoh dimasukkan;
 R adalah kenaikan suhu koreksi, °C;
 Q_{40} adalah suhu kalorimeter pada akhir periode lanjutan.

- b) Hitunglah kapasitas kalor dari kalorimeter dan isinya sebagai berikut (CATATAN 2):

$$C = \frac{W [1072 + 0,4 (30 - t) + [0,5 (T - t)] }{R}$$

Keterangan:

C adalah kapasitas kalor, kJ/°C;
 W adalah berat ZnO, gram;
 T adalah suhu akhir kalorimeter akhir, (Q_{20} + suhu pada waktu pembacaan termometer beckmann nol), °C;
 t adalah suhu ZnO (suhu ruang), sewaktu dimasukkan ke dalam kalorimeter, °C;
 R adalah kenaikan suhu yang telah dikoreksi, °C.

CATATAN 2 Kalor larutan ZnO adalah 256,1 kal/g pada 30 °C. Nilai ini bertambah 0,1 kal/g untuk setiap derajat penurunan suhu di bawah 30 °C. Kapasitas kalor ZnO 0,12 kal/g °C kalor yang diperlukan untuk membawa ZnO ke suhu akhir kalorimeter harus termasuk dalam kalor efektif dari larutan.

- (4) Jika cukup banyak ditemukan ZnO yang menempel pada corong atau tutup saat kalorimeter dibuka pengujian dibatalkan.

- (5) Lakukanlah penentuan ulang kapasitas kalor alat kalorimeter saat-saat berikut :
- Bila termometer Beckmann diset ulang.
 - Bila pelapisan baru diberikan pada termometer, pengaduk atau termos.
 - Bila termometer baru, termos baru dan atau pengaduk baru dipakai.
 - Bila digunakan larutan asam baru (HNO_3).
 - Bila dipandang perlu oleh operator.

7.2.8.4 Prosedur untuk menentukan kalor hidrasi

a) Penyiapan pasta semen

Sebelum penyiapan pasta, tempatkan semen dan air pencampur dalam suhu ruang bersuhu tetap, pada $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$, sampai semen dan air tersebut suhunya sama dengan suhu ruang.

Campurlah 150 gram semen dan 60 mL air destilasi dengan spatula, dan aduklah dengan kuat campuran dengan pengaduk mekanis selama 5 menit.

Masukkan sejumlah bagian yang sama pasta ke dalam empat atau lebih botol plastik secara merata sampai mencapai kira-kira 13 mm dari atas dan segera ditutup rapat (sebaiknya botol yang telah tertutup disegel bagian tutupnya dengan lilin yang mencair)

Botol-botol disimpan dalam posisi tegak dalam penangas air pada suhu ruang $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ sampai waktu pengujian dilaksanakan.

- Penyiapan bahan contoh terhidrasi sebagian untuk pengujian kalor larutan. Pada umur pengujian tertentu, keluarkan dari tempat penyimpanan sebuah botol yang berisi bahan contoh terhidrasi sebagian. Selama 20 menit pengadukan awal kalorimeter, botol plastik dipecahkan dan contoh segera dihancurkan dalam lumpang dengan penumbuk sampai contoh lolos ayakan 850 mikron (No. 20), segera masukkan ke dalam botol timbang tertutup.
- Hati-hati, terutama pada bahan contoh terhidrasi sebagian 7 hari, agar pengaruh udara sekecil mungkin, sehingga pengaruh CO_2 atau kehilangan kelembaban dari contoh sekecil mungkin.

7.2.8.5 Penentuan kalor hidrasi semen kering secara kalorimetri

Tentukan kalor hidrasi contoh semen kering seperti dilakukan pada 7.2.8.3 butir (1) tetapi gunakan 3 gram contoh (timbang dengan ketelitian 0,001 gram) semen kering sebagai pengganti ZnO .

Perhitungan dan laporan hasil dinyatakan berdasarkan contoh yang telah ditentukan hilang pijarnya. Lakukan pengujian contoh yang terhidrasi sebagian 7 hari.

CATATAN Kalor larutan ZnO adalah 256,1 kal/g pada $30 ^\circ\text{C}$. Nilai ini bertambah 0,1 kal/g untuk setiap derajat penurunan suhu di bawah $30 ^\circ\text{C}$. Kapasitas kalor ZnO 0,12 kal/g $^\circ\text{C}$ kalor yang diperlukan untuk membawa ZnO ke suhu akhir kalorimeter harus termasuk dalam kalor efektif dari larutan.

7.2.8.6 Penentuan kalor hidrasi untuk contoh terhidrasi sebagian

Untuk penentuan kalor larutan contoh terhidrasi sebagian ikuti prosedur semen kering seperti pada 7.2.8.5 tetapi gunakan $(4,18 \pm 0,05)$ gram contoh semen terhidrasi sebagian.

Timbang dengan ketelitian 0,001 gram. Perhitungan dinyatakan berdasarkan pada contoh yang telah ditentukan hilang pijarnya.

7.2.8.7 Hilang pijar

Segera sebelum dan sesudah contoh untuk penentuan kalor hidrasi secara kalorimeter ditimbang, timbanglah sejumlah contoh yang sama di dalam krusibel untuk penentuan hilang pijarnya.

Nilai hilang pijar yang digunakan adalah hasil rata-rata dari dua kali penentuan.

Untuk penentuan hilang pijar semen kering, pijarkan contoh semen kering pada suhu $(950 \pm 50) ^\circ\text{C}$ sekurang-kurangnya 1,5 jam, kemudian setelah itu segera pindahkan ke dalam desikator, diamkan hingga suhu ruang, dan segera timbang.

Pada saat penentuan hilang pijar semen yang terhidrasi, pertama-tama keringkan contoh yang telah ditimbang dalam oven pada suhu $(100-110) ^\circ\text{C}$ selama 1 jam, pindahkan ke dalam tungku pada suhu $(950 \pm 50) ^\circ\text{C}$ selama 1 malam, atau di atas pemanas yang sesuai tidak kurang dari 5 jam, dinginkan dalam desikator sampai suhu ruang kemudian ditimbang. Hitung berat contoh dasar pijar yang dimasukkan dalam kalorimeter sebagai berikut:

$$W_i = \frac{A \times W}{B}$$

Keterangan:

- W_i adalah berat contoh dihitung atas dasar pijar yang dimasukkan dalam kalorimeter, gram;
 A adalah berat contoh setelah dipijarkan, gram;
 B adalah berat contoh sebelum dipijarkan, gram;
 W adalah berat contoh yang dimasukkan dalam kalorimeter, gram.

Sebagai tambahan terhadap prosedur hilang pijar untuk semen portland, penentuan hilang pijar dapat ditentukan menggunakan metode *referee* seperti yang diberikan pada metode uji pada 7.1.3.12 untuk semen portland *slag* dan *slag* semen.

- Tentukan kandungan SO_3 dengan menggunakan metode *referee* yang sesuai metode uji pada 7.1.3.11.1. Juga tentukan kandungan SO_3 dari semen yang belum dipijarkan dengan menggunakan metode yang sama.
- Hitung persentase berat yang diperoleh dari sulfida sulfur sebagai berikut:

$$G = 0,8 (S_1 - S_2)$$

Keterangan:

- G adalah persen berat yang diperoleh dalam contoh yang dipijarkan;
 S_1 adalah SO_3 pada contoh yang dipijarkan;
 S_2 adalah SO_3 pada contoh yang tidak dipijarkan;
 $0,8$ adalah rasio berat molekul $4 (\text{O}) / \text{SO}_3$.

- c) Hitung berat dari contoh kalorimetri kering dengan dasar pemijaran sebagai berikut:

$$W_i = \frac{(A-BG/100) W}{B}$$

Keterangan:

W_i adalah berat dari contoh kering, atas dasar pijar, gram;
 A adalah berat dari contoh kering yang dipijarkan, gram;
 B adalah berat dari contoh kering sebelum pemijaran, gram;
 G adalah persentase berat yang diperoleh dari sulfida sulfur, dan;
 W adalah berat dari contoh kalorimetrik kering, gram.

- d) Hitung berat dari contoh kalorimetri yang terhidrat sebagian atas dasar pijar seperti di bawah ini:

$$W_i = \frac{A.W (1-G/100)}{B}$$

Keterangan:

W_i adalah berat dari contoh kalorimetrik kering, atas dasar pijar, gram;
 A adalah berat dari contoh yang terhidrasi sebagian setelah pemijaran, gram;
 B adalah berat dari contoh yang terhidrasi sebagian sebelum pemijaran, gram;
 G adalah persentase berat yang diperoleh dari sulfida sulfur;
 W adalah berat dari contoh kalorimetrik kering, gram.

CATATAN Asumsi dibuat dalam perhitungan bahwa persen sulfida sama dengan sebelum pemijaran untuk contoh yang terhidrasi sebagian seperti yang ditentukan di dalam semen.

7.2.8.8 Perhitungan

7.2.8.8.1 Kalor pelarutan semen kering

Hitung kenaikan suhu yang telah dikoreksi seperti pada 7.2.8.3 butir (3)a) dan 7.2.8.3 butir (3)b). Koreksi pula nilai kalor pelarutan jika suhu berbeda dari suhu kalorimeter ketika contoh dimasukkan. Jadi, untuk semen kering yang mempunyai kalor spesifik sekitar 0,8 kJ/kg.K, jika suhu akhir kalorimeter melebihi suhu contoh semen setelah dimasukkan, tambahkan koreksi sebesar 0,8 kJ/kg.K, terhadap kalor suhu tersebut jika menghitung kalor pelarutan. Hitung kalor pelarutan semen kering sebagai berikut:

$$H_1 = (RC/W_i) - 0,8 (T - t_d)$$

Keterangan:

H₁ adalah kalor pelarutan semen kering, kJ/kg;
 R adalah kenaikan suhu yang telah dikoreksi, °C;
 C adalah kapasitas kalor, kJ/°C;
 W_i adalah berat contoh yang dihitung atas dasar pijar, gram;
 T adalah suhu ruang pada waktu contoh dimasukkan, °C;
 t_d adalah suhu akhir kalorimeter pada akhir pengukuran semen kering, °C.

7.2.8.8.2 Kalor pelarutan bahan terhidrasi sebagian

Hitung kalor pelarutan contoh terhidrasi sebagian sama seperti untuk semen kering, kecuali dilakukan koreksi sebagai berikut:

Karena setiap kenaikan suhu 1 °C pada saat pengujian kalor pelarutan menyebabkan penurunan kalor larutan kurang lebih 1,3 kJ/kg. Jadi jika suhu pengujian kalor pelarutan terhidrasi sebagian melebihi suhu penentuan semen kering, tambahkan koreksi 1,3 kJ/kg terhadap nilai kalor pelarutan yang diperoleh untuk contoh hidrasi sebagian.

Juga, koreksi nilai kalor larutan jika pada pengujian suhu kalorimeter akhir berbeda dari suhu kalorimeter pada saat pengujian.

Untuk contoh semen terhidrasi sebagian dari semen pijar mempunyai kalor spesifik sekitar 1,7 kJ/kg. Jika suhu kalorimeter akhir melebihi suhu contoh pada saat dimasukkan, tambahkan koreksi 1,7 kJ/kg °C ketika menghitung kalor pelarutan.

$$H_2 = (RC/W_i) - 1,7 (T - t_h) - 1,3 (t_d - t_h)$$

Keterangan :

H_2 adalah kalor pelarutan contoh terhidrasi sebagian, kJ/kg;
 R, C, W_i, T dan t_d adalah seperti pada 7.2.8.8.1;
 t_h adalah suhu kalorimeter pada akhir pengukuran contoh terhidrasi sebagian, °C.

7.2.8.8.3 Kalor hidrasi

Suhu kalorimeter akhir 25 °C harus dianggap sebagai dasar kalor hidrasi acuan, dan yang penting diingat adalah pengaruh variasi pada suhu tersebut dalam pertimbangan hasil uji. Kenaikan suhu akhir menaikkan kalor hidrasi kira-kira 0,4 kJ/kg.K, dari semen pijar.

Sebagai contoh, jika suhu akhir 27 °C, 0,8 kJ/kg harus dikurangkan dari kalor hidrasi-nya dalam rangka mengacu pada hasil 25 °C.

Pengamatan untuk suhu kalorimeter akhir sekitar 25 °C, hati-hati dalam pengamatan suhu akhir tersebut. Hitung kalor hidrasi semen dengan teliti sebagai berikut:

$$H = H_1 - H_2 - 0,4 (t_h - 25,0)$$

Keterangan:

H adalah kalor hidrasi semen pijar, kJ/kg;
 H_1 adalah kalor larutan semen kering, 7.2.8.8.1;
 H_2 adalah kalor larutan semen yang terhidrasi sebagian 7.2.8.8.2;
 t_h adalah nilai yang sama seperti pada 7.2.8.8.2.

7.2.8.9 Uji ulang

Dalam hal gagal memenuhi persyaratan kalor hidrasi 28 hari, contoh pasta cadangan dapat diuji pada umur berikutnya dan dikoreksi dengan 2,1 kJ/kg per hari untuk setiap pertambahan umur. Untuk membawa hasil perhitungan kalor larutan pada 28 hari.

Kelebihan periode dimana koreksi ini dibuat harus dibatasi sampai 4 hari. Dalam hal gagal memenuhi persyaratan 7 hari, uji ulang seluruhnya termasuk pembuatan pengadukan pasta.

7.2.8.10 Ketelitian dan bias

7.2.8.10.1 Ketelitian

7.2.8.10.1.1 Ketelitian operator tunggal

Standar deviasi dari operator tunggal adalah 12,2 kJ/kg (1 detik) dan 14,8 kJ/kg (1 detik) untuk kalor pelarutan dan kalor hidrasi masing-masing. Karena itu, hasil dari dua pengujian yang dilakukan oleh operator yang sama untuk contoh dari semen yang sama tidak boleh berbeda lebih dari 34 kJ/kg dalam penentuan kalor pelarutan atau 42 kJ/kg dalam penentuan kalor hidrasi.

7.2.8.10.1.2 Ketelitian dari multi laboratorium

Standar deviasi dari multi laboratorium adalah 18,5 kJ/kg untuk kalor pelarutan dan 16,9 kJ/kg untuk kalor hidrasi. Karena itu, untuk dua pengujian yang dilakukan untuk dua laboratorium yang berbeda untuk contoh dari semen yang sama tidak boleh berbeda lebih dari 52 kJ/kg untuk penentuan kalor pelarutan atau 48 kJ/kg untuk penentuan kalor hidrasi.

7.2.8.10.2 Bias

Tidak ada pernyataan mengenai bias karena tidak ada bahan referensi yang dapat diterima.

7.2.9 Pengujian pemuaian akibat sulfat

Metode uji ini hanya digunakan untuk semen portland, meliputi penentuan pemuaian batang mortar yang dibuat dari campuran semen portland dan gipsum dalam perbandingan tertentu sehingga kadar sulfur trioksida (SO_3) dalam campuran tersebut sebesar 7,0% berat. Nilai ditetapkan dalam satuan mm per gram dan dinyatakan sebagai standar.

7.2.9.1 Tujuan dan penggunaan

Metode uji ini dimaksudkan terutama untuk digunakan oleh mereka yang berminat dalam penelitian pada metode penentuan potensial ketahanan sulfat semen portland. Metode ini juga digunakan untuk meyakinkan bahwa ketahanan sulfat semen portland memenuhi persyaratan pada Tabel 4.

7.2.9.2 Peralatan

- Timbangan dan batu timbangan harus sesuai spesifikasi.
- Meja alir, harus memenuhi persyaratan spesifikasi (Lihat Gambar 16).
- Mesin pengaduk, mangkuk dan pengaduk harus memenuhi spesifikasi pada Lampiran C.
- Pisau aduk, pisau segitiga, penumbuk harus memenuhi spesifikasi.
- Gelas ukur, cetakan dan pembanding panjang harus memenuhi spesifikasi.

7.2.9.3 Suhu dan kelembaban

- Suhu ruang pencetakan, bahan-bahan kering dan air pengaduk harus dijaga pada $23,0 \pm 4$ °C.
- Kelembaban ruang pencetakan tidak boleh kurang dari 50%.

7.2.9.4 Bahan-bahan

- Pasir yang digunakan untuk membuat mortar uji harus memenuhi persyaratan mutu pasir sesuai 7.2.6.4.
- Gypsum yang digunakan untuk penambahan pada semen portland harus gipsum alam mutu tinggi dengan 100% lolos ayakan 150 μm (no. 100), sekurang kurangnya 94% lolos ayakan 75 μm (no. 200) dan sekurang kurangnya 90% lolos ayakan 45 μm (no. 325).
Hitung persentase semen dan gipsum yang diperlukan sehingga campuran yang mengandung 7,0% berat SO_3 sebagai berikut:

$$\begin{aligned}\% \text{ semen} &= [(g - 7,0) / (g - c)] \times 100 \\ \% \text{ gipsum} &= [(7,0 - c) / (g - c)] \times 100\end{aligned}$$

Keterangan:

c adalah kadar SO_3 dalam semen portland, %;
g adalah kadar SO_3 dalam gipsum, %;
7,0 adalah kadar SO_3 campuran semen – gipsum, %.

7.2.9.5 Jika kadar SO_3 dari gipsum tidak diketahui, gipsum harus dianalisa kadar SO_3 nya dengan menggunakan metode analisis kimia SO_3 dari semen. Kadar SO_3 harus ditentukan dengan ketelitian 0,1%.

7.2.9.6 Jumlah dan ukuran benda uji

- Untuk setiap contoh semen dibuat dua adukan, yang masing-masing adukan untuk 3 buah benda uji. Ukuran setiap benda uji adalah (25 x 25 x 285) mm.
- Dalam pengujian rutin dapat digunakan benda uji dengan ukuran (25 x 25 x 160) mm, tetapi dalam hal perselisihan hasil yang didapat harus berdasarkan ukuran benda uji (25 x 25 x 285) mm.

7.2.9.7 Prosedur

7.2.9.7.1 Penyiapan cetakan benda uji

- Cetakan harus dipersiapkan sesuai dengan Gambar 11.
- Jumlah bahan-bahan kering yang diperlukan untuk masing-masing adukan harus 400 gram (semen tambah dengan gipsum) dan 100 gram pasir. Jumlah air pencampur harus 194 mL untuk semua jenis semen portland.
- Aduk mortar sesuai dengan prosedur pengadukan mortar dari Lampiran C, kecuali setelah memasukkan air pencampur ke dalam mangkuk, tambahkan gipsum dan aduk pada kecepatan rendah selama 15 detik, kemudian hentikan pengadukan, tambahkan semen, dan lanjutkan seperti yang diuraikan pada Lampiran C.

7.2.9.7.2 Pencetakan benda uji

Segera setelah uji alir selesai, pindahkan kembali adukan ke mangkuk, turunkan adukan yang menempel pada dinding mangkuk, dan aduk kembali pada kecepatan sedang (285 ± 10) rpm selama 15 detik. Angkat pengaduk dan mangkuk dari mesin pengaduk dan masukkan kelebihan mortar dari pengaduk ke dalam mangkuk. Isi cetakan dalam dua lapisan, masing-masing lapisan dipadatkan dengan penumbuk.

Dorong mortar ke dalam sudut sudut, di sekitar baut, dan sepanjang permukaan cetakan dengan menumbuk sampai didapatkan benda uji yang homogen.

Setelah lapisan atas dipadatkan potong kelebihan mortar hingga rata dengan permukaan atas cetakan dan ratakan permukaan cetakan beberapa kali dengan pisau aduk segitiga.

7.2.9.7.3 Tempat penyimpanan benda uji**7.2.9.7.3.1 Penyimpanan awal**

Lembabkan benda uji dalam cetakan di dalam lemari lembab pada suhu (23 ± 2) °C selama (22-23) jam, kemudian pindahkan benda uji dari cetakan, diberi tanda semestinya dan letakkan di dalam air pada suhu (23 ± 2) °C sekurang-kurangnya 30 menit sebelum dilakukan pengukuran awal.

7.2.9.7.3.2 Penyimpanan lanjutan

Setelah batang benda uji dipindahkan dari cetakannya dan telah diukur, tempatkan secara horizontal benda uji di dalam air pada suhu (23 ± 2) °C

Penempatan masing-masing benda uji sekurang-kurangnya harus berjarak 6 mm pada sisi-sisinya kecuali untuk penyangga yang diperlukan.

Semua benda uji harus terendam air sekurang-kurangnya sedalam 13 mm. Perbandingan volume air terhadap volume benda uji tidak boleh lebih dari 5 : 1 untuk mencegah kelarutan kapur yang berlebihan.

Ganti air rendaman dengan air segar setiap 7 hari untuk 28 hari pertama dan setiap 28 hari setelah itu.

7.2.9.7.4 Pengukur panjang

Ukur panjang benda uji dengan menggunakan alat pembanding panjang. Pindahkan benda uji dari air rendaman satu persatu, dan seka dengan kain lembab sebelum pengukuran.

Lakukan pengukuran pertama pada umur 24 jam \pm 15 menit dihitung dari waktu pencampuran semen dan air. Ukur kembali benda uji pada umur 14 hari.

CATATAN Tambahkan data dari harga hasil pengukuran dapat diperoleh dengan merendam kembali benda uji setelah pengujian umur 14 hari dan melakukan pengukuran tambahan pada umur selanjutnya.

7.2.9.8 Perhitungan

Hitung selisih panjang benda uji pada umur 24 jam dan 14 hari dengan ketelitian 0,001% dari panjang yang efektif dan laporkan sebagai pemuaian dari benda uji pada periode tersebut. Semua benda uji yang masih ada untuk umur 14 hari harus terdiri dari 1 set yang sekurang-kurangnya tiga benda uji dengan rantang yang diijinkan tergantung pada jumlah benda uji yang masih tersisa, sebagai berikut:

Tabel 21 – Deviasi

Jumlah benda uji	Deviasi panjang maksimum yang diijinkan (%)
3	0,010
4	0,011
5	0,012
6	0,012

7.2.9.9 Laporan

Laporkan rata-rata panjang sekumpulan benda uji memenuhi ketentuan di atas dengan ketelitian 0,001%.

7.2.10 Pengujian kandungan udara mortar

Tujuan dari pengujian dengan metode ini untuk menentukan kandungan udara dalam mortar.

7.2.10.1 Peralatan dan bahan

- Meja alir, cetakan dan jangka sorong, sesuai 7.2.6.3.
- Alat ukur adalah silinder yang berdiameter dalam (76 ± 2) mm dengan kedalaman 88 mm yang distandarkan dengan air (400 ± 1) mL pada suhu (23 ± 2) °C.
- Untuk tujuan pengujian ini kapasitas alat ukur dinyatakan dalam mL yang merupakan berat air dibagi 0,997 6. Tidak ada koreksi untuk berat yang diakibatkan oleh busa yang terjadi. Alat ukur harus mempunyai ketebalan dinding yang rata, ketebalan dinding dan dasar tidak kurang dari 2,9 mm dan berat total kosong tidak lebih dari 900 gram. Alat ukur harus terbuat dari bahan logam yang tidak rusak oleh semen.
- Mesin pengaduk, mangkok aduk.
- Pisau pengiris dan perata.
Pisau pengiris dan perata terbuat dari baja dengan panjang tidak kurang dari 200 mm dengan ketebalan 1,5 mm sampai dengan 3,5 mm dengan berujung lurus.
- Timbangan yang mempunyai kapasitas 2 kg dengan ketelitian 1 gram.
- Gelas ukur 250 mL dengan ketelitian pengukuran 2 mL.
- Penumbuk.
- Sendok logam mempunyai panjang 230 mm dan panjang lengkungan 100 mm.

7.2.10.2 Suhu dan kelembaban

Ruangan dan material kering dijaga pada suhu $(23 \pm 4) ^\circ\text{C}$ dengan kelembaban ruangan tidak kurang dari 50%. Kondisi air pengaduk dan pengukuran pada suhu $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

7.2.10.3 Pasir standar

Pasir standar yang digunakan adalah pasir Ottawa (pasir standar 20-30) dengan gradasi butir sebagai berikut:

Tabel 22 – Gradasi butir pasir Ottawa

Diameter lubang ayakan	Lolos ayakan, (%)
1,18 mm	100
850 mikron	(85 – 100)
600 mikron	(0 – 5)

7.2.10.4 Prosedur

7.2.10.4.1 Susunan campuran adukan

Semen portland : 350 gram

Pasir standard gradasi 20-30 : 1 400 gram

Air secukupnya sehingga memberikan penyebaran adukan $(87,5 \pm 7,5) \%$

7.2.10.4.2 Pengadukan mortar

Pasang pengaduk dan mangkuk pengaduk yang kering pada alat pengaduk dengan posisi mengaduk. Kemudian masukkan bahan-bahan untuk satu kali pengadukan ke dalam mangkuk seperti berikut:

- Masukkan air pencampur ke dalam mangkuk.
- Tambahkan semen ke dalam air, kemudian jalankan mesin pengaduk dan sambil diaduk pada kecepatan rendah $(140 \pm 5) \text{ rpm}$ selama 30 detik.
- Tambahkan semua pasir pelan-pelan dalam selang waktu 30 detik, sambil diaduk pada kecepatan rendah $(140 \pm 5) \text{ rpm}$.
- Hentikan mesin pengaduk, ganti dengan kecepatan sedang $(285 \pm 10) \text{ rpm}$, dan aduk selama 30 detik. Hentikan mesin pengaduk dan biarkan mortar selama 1,5 menit. Selama 15 detik pertama selang waktu ini, segera bersihkan mortar yang menempel pada dinding bagian dalam mangkuk, selanjutnya tutup mangkuk.
- Lanjutkan pengadukan akhir selama 1 menit pada kecepatan sedang $(285 \pm 10) \text{ rpm}$.
- Apabila diperlukan, pada setiap selang waktu diperlukan pengadukan ulang, setiap mortar yang menempel pada dinding bagian dalam mangkuk harus segera bersihkan dengan penggaruk sebelum pengadukan ulang dilakukan.

7.2.10.4.3 Penentuan penyebaran adukan mortar

Letakkan cetakan di tengah-tengah meja alir yang terlebih dahulu dilap sampai kering. Isi cetakan dengan ketinggian 25 mm. Padatkan adukan dengan alat penumbuk sebanyak 20 kali penumbukan. Tekanan penumbukan harus cukup sehingga pengisian benar-benar rata. Cetakan diisi kembali sampai penuh dan padatkan seperti lapisan pertama. Kemudian ratakan bagian atas dari adukan dengan pisau perata pada 2 arah yang saling tegak lurus.

Bersihkan dan keringkan permukaan meja alir di bagian luar cetakan. Angkat cetakan dari adukan 1 menit setelah selesai pengerjaan, ketuk meja alir dari ketinggian 12,7 mm sebanyak 10 kali ketukan dalam waktu 6 detik. Rata-rata penyebaran yang terjadi diukur dengan jangka sorong dari 4 kali pengukuran pada sudut yang berlainan.

Hasil pengukuran dinyatakan dalam persen dari diameter awal. Ulangi pekerjaan seperti di atas dengan jumlah air berbeda, sehingga tercapai penyebaran yang diinginkan. Setiap pengulangan menggunakan adukan baru.

7.2.10.4.4 Penentuan kandungan udara

Jika telah didapat penyebaran yang dimaksud, timbang sisa adukan 400 mL. Masukkan adukan dengan sendok ke dalam alat ukur dalam 3 lapisan. Masing-masing lapisan dipadatkan dengan cara ditusuk-tusuk menggunakan pisau perata sebanyak 20 kali sepanjang sisi dalam cetakan. Pada penusukan lapisan pertama, tusukan jangan mengenai dasar cetakan. Pada penusukan kedua dan terakhir cukup menembus lapisan masing-masing adukan. Untuk menghilangkan udara yang tertahan dalam adukan, ketuk bagian samping alat ukur perlahan-lahan dengan tongkat penumbuk pada 5 titik yang berbeda sekeliling alat ukur, masing-masing adukan. Untuk menghilangkan udara yang tertahan dalam adukan, ketuk bagian samping alat ukur perlahan-lahan dengan tongkat penumbuk pada 5 titik yang berbeda sekeliling alat ukur, masing-masing 1 kali ketukan.

Ratakan permukaan adukan dalam alat ukur dengan pisau perata pada 2 arah yang tegak lurus. Jika pada waktu perataan ada butiran pasir yang ke luar dari adukan dan menyebabkan goresan, maka peralatan harus diulangi kembali. Seluruh pekerjaan ini harus diselesaikan dalam waktu 1,5 menit. Bersihkan adukan dan air yang ke luar dari alat ukur. Timbang alat ukur dan isinya kemudian hitung berat adukan dalam gram.

7.2.10.5 Perhitungan kandungan udara

Hitung kandungan udara mortar dengan rumus di bawah ini:

$$\text{Kandungan udara} = 100 - W [(182,7 + P)/(2\,000 + 4 P)]$$

Keterangan:

W adalah berat 400 mL adukan, gram;

P adalah persentase air dari adukan terhadap berat semen yang digunakan.

8 Syarat lulus uji

Semen portland yang diuji dinyatakan tidak memenuhi syarat apabila:

- a) Semen gagal memenuhi salah satu syarat mutu seperti yang dicantumkan pada pasal 5.
- b) Uji ulang dapat dilakukan terhadap semen yang ada di penyimpanan pada silo yang akan dikirim selama periode lebih dari 6 bulan. Jika hasil uji ulang tersebut gagal memenuhi salah satu syarat mutu seperti yang dicantumkan pada Pasal 5, maka semen tersebut dinyatakan tidak lulus uji.
- c) Sertifikasi hasil uji semen portland yang menyatakan memenuhi syarat hanya berlaku untuk kelompok yang diambil contohnya.

9 Pengemasan

9.1 Semen portland dapat diperdagangkan dalam bentuk kemasan dan curah. Apabila tidak ada ketentuan lain, semen portland kemasan harus dikemas dalam kantong dengan berat netto 25 kg, dan atau 40 kg, dan atau 50 kg untuk setiap kantong.

9.2 Kekurangan berat tidak boleh lebih dari 2% dari berat yang dicantumkan pada setiap kemasan.

10 Syarat penandaan

Pada kemasan harus dicantumkan kode, merk/tanda dagang, jenis, nama perusahaan dan berat netto. Untuk semen portland curah penandaan dicantumkan pada dokumen pengiriman.

11 Penyimpanan dan transportasi

- a) Semen ketika disimpan maupun ditransportasikan harus dijaga sedemikian rupa sehingga mudah untuk dilakukan inspeksi dan identifikasi.
- b) Semen curah disimpan dalam bangunan/penyimpanan yang kedap terhadap cuaca, sehingga akan melindungi semen dari kelembaban dan menghindari terjadinya penggumpalan semen pada saat penyimpanan dan transportasi.
- c) Penyimpanan maupun transportasi semen dalam kantong dilakukan sedemikian rupa sehingga terhindar dari pengaruh cuaca.

Lampiran A
(informatif)
Contoh formulir rekaman penentuan klorida

Tabel A.1 - Contoh formulir penentuan titik ekuivalen pada penentuan klorida

Kolom 1 AgNO ₃ , mL	Kolom 2 Potensial, mV	Kolom 3 mV ^A	Kolom 4 mV ^B
1,60	125,3		
1,80	119,5	5,8	1,4
2,00	112,3	7,2	1,3
2,20	103,8	8,5	1,3
2,40	94,0	9,8	0,6
2,60	84,8	9,2	2,3
2,80	77,9	6,9	0,8
3,00	71,8	6,1	1,3
3,20	67,0	4,8	

Lampiran B
(informatif)
Contoh hasil kualifikasi

Tabel B.1 - Waktu pengikatan awal

satuan dalam menit

Semen	Rangkaian	Pengikatan awal metode A	Pengikatan awal metode B	Perbedaan rata-rata (spek. maks 45)
A	1	95	105	...
A	2	90	105	...
A	3	95	90	...
Julat (spek. 30 Maks)		5	15	...
Rata-rata		93,3	100,0	6,7
B	1	100	120	...
B	2	105	95	...
B	3	85	95	...
Julat (Spek. 30 Maks)		20	25	...
Rata-rata		96,7	103,3	6,7
C	1	155	170	...
C	2	155	160	...
C	3	145	155	...
Julat (spek. 30 Maks)		10	15	...
Rata-rata		151,7	161,7	10,0

Tabel B.2 - Waktu pengikatan akhir

satuan dalam menit

Semen	Rangkaian	Pengikatan akhir metode A	Pengikatan akhir metode B	Perbedaan rata-rata (spek. maks 45)
A	1	150	150	...
A	2	145	150	...
A	3	170	125	...
Julat (spek. 30 maks)		25	25	...
Rata-rata		155,0	141,7	13,3
B	1	185	180	...
B	2	200	180	...
B	3	185	155	...
Julat (spek. 30 maks)		15	25	...
Rata-rata		190,0	171,7	18,3
C	1	235	225	...
C	2	240	220	...
C	3	240	215	...
Julat (spek. 30 maks)		5	10	...
Rata-rata		238,3	220,0	18,3

Lampiran C
(informatif)
**Pengadukan secara mekanik pasta semen hidrolik
dan konsistensi plastis dari mortar**

C.1 Ruang lingkup

Cara praktis ini meliputi pengadukan secara mekanik pasta semen hidrolik dan konsistensi plastis dari mortar.

C.2 Tujuan dan penggunaan

Cara ini dimaksudkan untuk digunakan pada pengadukan secara mekanik pada pasta dan mortar untuk pengujian semen hidrolik.

C.3 Peralatan**C.3.1 Mesin pengaduk**

Mesin pengaduk harus mesin pengaduk mekanik jenis episiklik, mempunyai alat penggerak yang dapat digerakan secara elektrik yang dapat menggerakkan pengaduk berputar mendatar dan beredar.

Mesin pengaduk harus mempunyai dua kecepatan yang dapat diatur secara mekanik. Kecepatan pertama, kecepatan rendah yang dapat menggerakkan pengaduk dengan kecepatan (140 ± 5) rpm dengan gerakan edar bilah pengaduk dengan kecepatan (285 ± 10) rpm dengan gerakan edar batang pengaduk kira-kira 125 rpm. Daya motor elektrik harus sekurang-kurangnya 124 watt (1/6 hp).

Mesin pengaduk harus dilengkapi dengan alat penahan pengatur jarak seperti diperlihatkan pada Gambar 12 yang harus digunakan untuk menjaga jarak antara bagian bawah pengaduk dengan dasar mangkuk tidak lebih besar dari 2,5 mm, tapi tidak lebih kecil dari 0,8 mm (kira-kira sama dengan diameter pasir Ottawa (20 – 30) ketika mangkuk berada pada posisi pengadukan).

C.3.2 Pengaduk

Pengaduk harus mudah dibongkar pasang, dibuat dari baja tahan karat, dan rancangan dasarnya seperti dijelaskan pada Gambar 13. Jika dalam posisi mengaduk mengikuti dari bentuk mangkuk yang digunakan, jarak terdekat antara ujung pengaduk dan dinding dalam mangkuk sebesar $\pm 4,0$ mm tetapi tidak kurang dari 0,8 mm.

C.3.3 Mangkuk pengaduk

Mangkuk pengaduk yang dapat dibongkar pasang harus mempunyai kapasitas nominal 4,73 L. Memenuhi dimensi dan mempunyai seperti pada Gambar 14, dan harus dibuat dari baja tahan karat. Mangkuk dilengkapi dengan bagian yang dapat menempel dengan baik pada peralatan pengaduk dengan posisi yang kuat selama pengadukan berjalan.

Harus dilengkapi dengan tutup dibuat dari bahan non absorpsi dan tidak rusak oleh semen.

C.3.4 Pengerik

Pengerik harus terdiri dari pisau karet setengah kaku yang dilengkapi dengan pegangan yang panjangnya ± 150 mm. Panjang pisau ± 75 mm, lebar 50 mm dan meruncing ke sisi bagian yang tipis ± 2 mm.

C.3.5 Peralatan tambahan

Timbangan, batu timbangan, gelas ukuran alat-alat lainnya yang digunakan dalam pengukuran dan persiapan bahan mortar sebelum pengadukan harus memenuhi persyaratan yang sesuai.

C.4 Suhu dan kelembaban

C.4.1 Satu ruangan, bahan-bahan kering, pengaduk dan mangkuk harus dijaga antara $(20 - 27,5) ^\circ\text{C}$. Suhu air pencampur harus $(23 \pm 1,7) ^\circ\text{C}$.

C.4.2 Kelembaban laboratorium minimal 50%. Suhu dan kelembaban sesuai dengan 7.2.1.1.

C.5 Bahan, proporsi dan konsistensi

C.5.1 Persyaratan

Bahan, proporsi dan konsistensi bahan serta jumlahnya harus memenuhi persyaratan yang terdapat pada metode tertentu dimana pasta atau mortar dipersiapkan.

C.5.2 Prosedur pengadukan pasta

C.5.2.1 Pasang pengaduk dan mangkuk yang kering pada alat pengaduk dengan posisi mengaduk. Kemudian masukkan bahan-bahan untuk satu kali pengadukan ke dalam mangkuk sebagai berikut:

- masukkan semua air pencampur ke dalam mangkuk;
- tambahkan semen ke dalam air dan diamkan 30 detik, untuk penyerapan air;
- jalankan mesin pengaduk pada kecepatan rendah $140 \text{ rpm} \pm 5 \text{ rpm}$ selama 30 detik.

C.5.2.2 Hentikan mesin pengaduk 15 detik dan selama waktu ini bersihkan dinding bagian dalam mangkuk dari pasta yang menempel.

C.5.2.3 Jalankan mesin pengaduk pada kecepatan sedang dengan putaran $(285 \pm 10) \text{ rpm}$ dan aduk selama 1 menit.

C.5.3 Prosedur pengadukan mortar

C.5.3.1 Pasang pengaduk dan mangkuk pengaduk yang kering pada alat pengaduk dengan posisi mengaduk. Kemudian masukkan bahan-bahan satu kali pengadukan ke dalam mangkuk seperti berikut:

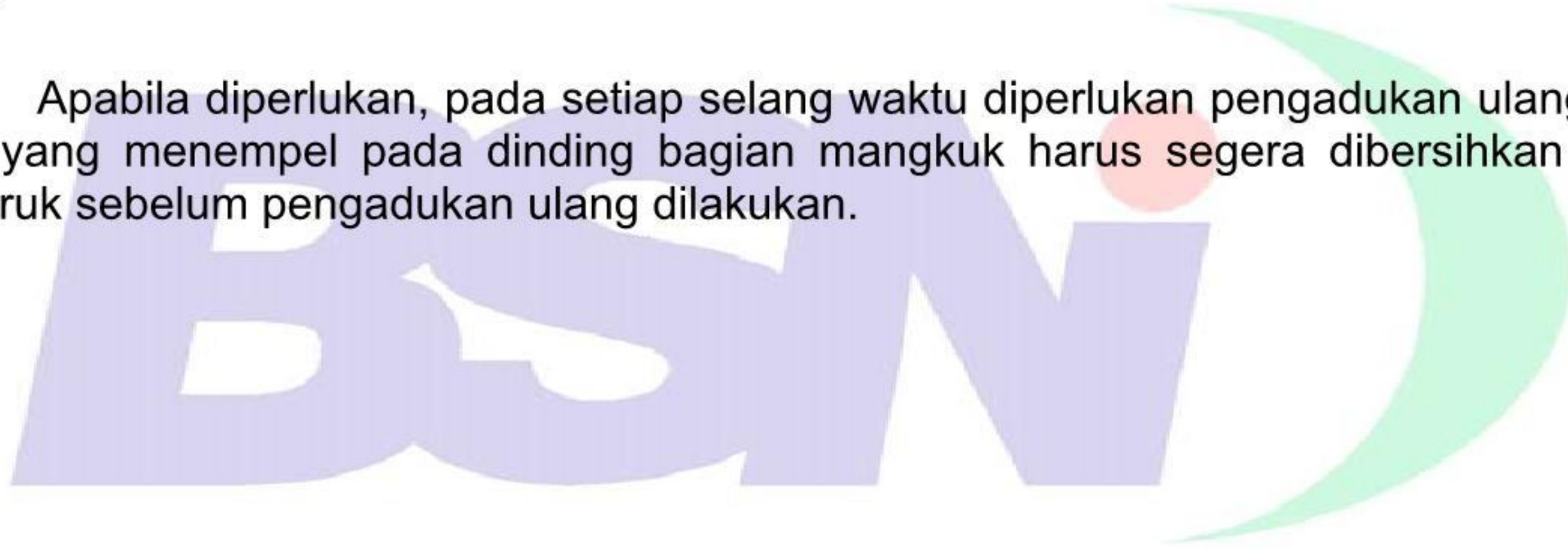
- a) masukkan air pencampur dalam mangkuk;
- b) tambahkan semen ke dalam air, kemudian jalankan mesin pengaduk sambil diaduk pada kecepatan rendah $140 \text{ rpm} \pm 5 \text{ rpm}$ selama 30 detik;
- c) tambahkan semua pasir pelan-pelan dalam selang waktu 30 detik, sambil diaduk pada kecepatan rendah $140 \text{ rpm} \pm 5 \text{ rpm}$.

C.5.3.2 Hentikan mesin pengaduk, ganti dengan kecepatan sedang (285 ± 10) rpm, dan aduk selama 30 detik.

C.5.3.3 Hentikan mesin pengaduk dan biarkan mortar selama 1,5 menit. Selama 15 detik pertama pada selang waktu ini, segera bersihkan mortar yang menempel pada dinding bagian dalam mangkuk, selanjutnya tutup mangkuk.

C.5.3.4 Lanjutkan pengadukkan akhir selama 1 menit pada kecepatan sedang (285 ± 10)rpm.

C.5.3.5 Apabila diperlukan, pada setiap selang waktu diperlukan pengadukan ulang, setiap mortar yang menempel pada dinding bagian mangkuk harus segera dibersihkan dengan penggaruk sebelum pengadukan ulang dilakukan.



Bibliografi

- ASTM C 150/C150M-12, *Standard Specification for Portland Cement*
- ASTM C114-13, *Standard Test Methods for Chemical Analysis of Hydraulic Cement*
- ASTM C109/C109M-13, *Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens)*
- ASTM C 151/C151M-09, *Standard Test Method for Autoclave Expansion of Portland Cement.*
- ASTM C 186-13, *Standard Test Method for Heat of Hydration of Hydraulic Cement.*
- ASTM C 187-11e1, *Standard Test Method for Amount of Water Required for Normal Consistency of Hydraulic Cement Paste*
- ASTM C 191-13, *Standard Test Method for Time of Setting of Hydraulic Cement by Vicat Needle*
- ASTM C204-11, *Standard Test Methods for Fineness of Hydraulic Cement by Air Permeability Apparatus*
- ASTM C115/C115M-10e1, *Standard Test Method for Fineness of Portland Cement by the Turbidimeter*
- ASTM C 266-13, *Standard Test Method for Time of Setting of Hydraulic Cement Paste by Gillmore Needles*
- ASTM C 451-13, *Standard Test Method for Early Stiffening of Hydraulic Cement (Paste Method).*
- ASTM C185-08, *Standard Test Method for Air Content of Hydraulic Cement Mortar*
- ASTM C 778-13, *Standard Specification for Standard Sand*
- ASTM C 183-13, *Standar practice for sampling and the amount of testing of hydraulic cement*
- BS 12-2008, *Specification for portland cement*
- ASTM C452/C452M-10, *Standard Test Method for Potential Expansion of Portland-Cement Mortars Exposed to Sulfate*